

(19)



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(51) Int. Cl.²: D 06 P 3/24
D 06 B 9/02
D 06 L 3/12
//
D 06 P 1/90

(12)

AUSLEGESCHRIFT A3

(11)

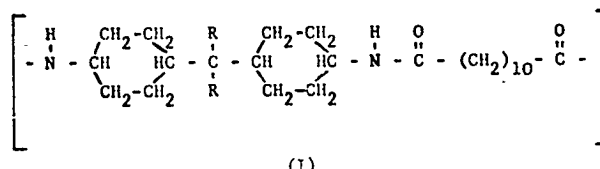
611 105 G

- (21) Gesuchsnummer: 4222/75
(61) Zusatz von: 590 960
(62) Teilgesuch von:
(22) Anmeldungsdatum: 03. 04. 1975
(30) Priorität:
(42) Gesuch bekanntgemacht: } 31. 05. 1979
(44) Auslegeschrift veröffentlicht: }
(71) Patentbewerber: CIBA-GEIGY AG, Basel
(74) Vertreter:
(72) Erfinder: Jacques Zurbuchen, Kaiseraugst
(56) Recherchenbericht siehe Rückseite

(54) Verfahren zum Färben von linearen hochmolekularen Polyamidfasern

(57) Ein auf mindestens 100° C vorerwärmtes seidenähnliches Textilfasermaterial wird in kontinuierlicher Arbeitsweise so mit einer Farbstoff oder optischen Aufheller enthaltenden Halogenkohlenwasserstoff-Behandlungsflotte imprägniert, dass der Flottenauftrag mehr als 100% beträgt. Das Textilfasermaterial besteht aus linearem hochmolekularem Polyamid, welches zu wenigstens 90 Gew. % die wiederkehrende Einheit der Formel I aufweist, worin R unabhängig voneinander Wasserstoff oder Methyl bedeutet, und in jedem Cyclohexylring eines der Wasserstoffatome durch die Methylgruppe ersetzt sein kann. Das imprägnierte Textilfasermaterial wird anschliessend mit überhitztem Halogenkohlenwasserstoff-Dampf derart behandelt, dass es bei seinem Austritt aus der Dampfzone noch mindestens 5% der applizierten Behandlungsflotte enthält. Das Verfahren eignet sich besonders für Dispersionsfarbstoffe bzw. -aufheller.

Das Verfahren lässt sich einfacher durchführen als konventionelle Verfahren. Bei seiner Anwendung werden egale Färbungen mit sehr gutem Fixierungsgrad und sehr guter Durchfärbung erhalten.





RAPPORT DE RECHERCHE RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:
Patentgesuch Nr.:

CH 4222/75

I.I.B. Nr.:

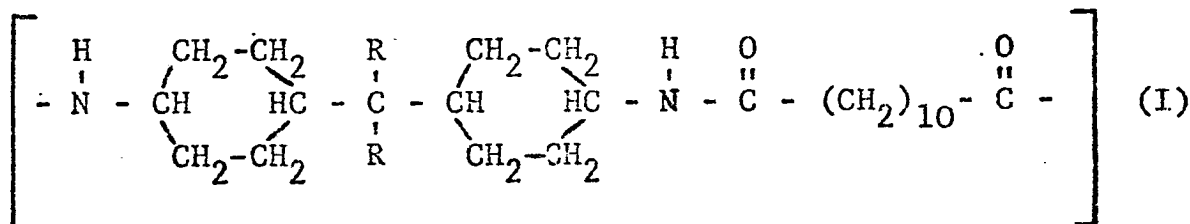
HO 12 508

Documents considérés comme pertinents Einschlägige Dokumente		
Catégorie Kategorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes. Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile	Revendications con- cernées Betrifft Anspruch Nr.
	<u>DE - A - 1 922 561</u> (CIBA) * Patentansprüche 1 bis 4, 7,8,10 bis 12,14; Seite 2, Absatz 2 bis Seite 3, Absatz 3; Seite 4, Absatz 2 bis Seite 5, Absatz 3; Seite 7, Absatz 2 bis Seite 8, ganz * ----- <u>US - A - 3 667 898</u> (BERGMAN UND DAWSON) * "Claims" 1 bis 3, 5,6,11 bis 19; Spalte 3, Zeile 30 bis Spalte 7, Zeile 38 * ----- <u>US - A - 3 762 872</u> (W.L.ACREE) * "Claims" 1,2,4,5,9,11 bis 15; Spalte 1, Zeile 9 bis Spalte 3, Zeile 31; Beispiel 3 * ----- <u>JOURNAL OF THE SOCIETY OF DYERS AND COLOURISTS</u> Vol. 89, Nr.10, Oktober 1973 BRADFORD ANDERSON und CARBONE: "AATCC Symposium Textile Solvent Technology" (Januar 1973), 65-71; Seiten 378 und 379. * Seite 378, rechte Spalte, letzter Absatz bis Seite 379, linke Spalte, erster Absatz *	I, 4-8, II, 12, III I,4-8,11, II, 12, III I, 4-8 I
Domaines techniques recherchés Recherchierte Sachgebiete (INT. CL.²) D 06 P 1/90 D 06 B 9/02 D 06 L 3/12		
Catégorie des documents cités Kategorie der genannten Dokumente: X: particulièrement pertinent von besonderer Bedeutung A: arrière-plan technologique technologischer Hintergrund O: divulgation non-écrite nichtschriftliche Offenbarung P: document intercalaire Zwischenliteratur T: théorie ou principe à la base de l'invention der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: demande faisant interférence kollidierende Anmeldung L: document cité pour d'autres raisons aus andern Gründen angeführtes Dokument &: membre de la même famille, document correspondant Mitglied der gleichen Patentfamilie; übereinstimmendes Dokument		
Etendue de la recherche/Umfang der Recherche		
Revendications ayant fait l'objet de recherches Recherchierte Patentansprüche: I, 1-12, II, III Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches Nicht recherchierte Patentansprüche: Raison: Grund:		
Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche 6. September 1977		

PATENTANSPRUCH I

Verfahren zum kontinuierlichen Färben oder optischen Aufhellen eines synthetischen Textilfasermaterials aus organischem Lösungsmittel gemäss Patentanspruch I des Haupt-

patentes, dadurch gekennzeichnet, dass man als synthetisches Textilfasermaterial seidenähnliches Fasermaterial aus linearem hochmolekularem Polyamid, das zu wenigstens 90 Gewichtsprozent die wiederkehrende Einheit der Formel (I)



aufweist, worin R unabhängig voneinander Wasserstoff oder Methyl bedeutet, und in jedem Cyclohexyrling eines der Wasserstoffatome durch die Methylgruppe ersetzt sein kann, verwendet.

UNTERANSPRÜCHE

1. Verfahren gemäss Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, dass alle Cyclohexyrlinge in Formel I unsubstituiert sind und R Wasserstoff bedeutet.

2. Verfahren gemäss Patentanspruch I und Unteranspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Flottenauftrag mindestens 150%, bezogen auf das Trockengewicht des Fasermaterials, beträgt.

3. Verfahren gemäss Patentanspruch I und Unteransprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass man einen zwischen 70 und 130° C siedenden, niederen aliphatischen Chlorkohlenwasserstoff als organisches Lösungsmittel verwendet.

4. Verfahren gemäss Patentanspruch I und Unteransprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man Trichloräthylen oder 1,1,1-Trichloräthan als zwischen 70 und 130° C siedenden, niederen aliphatischen Chlorkohlenwasserstoff verwendet.

5. Verfahren gemäss Patentanspruch I und Unteransprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man Tetrachloräthylen als zwischen 70 und 130° C siedenden, niederen aliphatischen Chlorkohlenwasserstoff verwendet.

6. Verfahren gemäss Unteranspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Lösungsmitteldampf eine Temperatur von 125 bis 145° C aufweist.

7. Verfahren gemäss Patentanspruch I oder einem der vorangehenden Unteransprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlungszeit in dem überhitzten Lösungsmitteldampf 1 bis 20 Minuten, vorzugsweise 3 bis 10 Minuten beträgt.

8. Verfahren gemäss Patentanspruch I oder einem der vorangehenden Unteransprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Fasermaterial auf eine Temperatur von mindestens 120° C vorgeheizt wird.

9. Verfahren gemäss Patentanspruch I oder einem der vorangehenden Unteransprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur der Flotte bei der Auftragung höchstens bei 90° C, vorzugsweise nicht über 80° C liegt.

10. Verfahren gemäss Patentanspruch I oder einem der vorangehenden Unteransprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man das gefärbte organische Material mit organischem Lösungsmittel wäscht.

11. Verfahren gemäss Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, dass man mit Dispersionsfarbstoffen oder Aufhellern färbt oder aufhellt.

12. Verfahren gemäss Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, dass man als Dispersionsfarbstoffe metallfreie Mono- oder Disazofarbstoffe, Nitrofarbstoffe, Methinfarbstoffe oder Anthrachinonfarbstoffe verwendet.

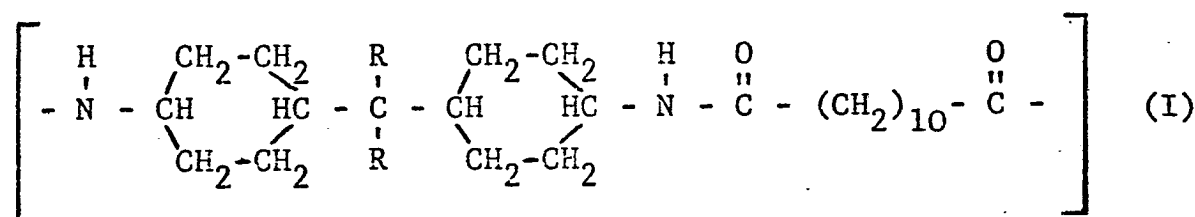
PATENTANSPRUCH II

Das nach dem Verfahren gemäss Patentanspruch I gefärbte oder optisch aufgehellte Textilfasermaterial.

Die vorliegende Erfindung betrifft eine weitere Ausbildung des Verfahrens des Hauptpatentes Nr. 590 960 zum kontinuierlichen Färben oder optischen Aufhellen eines synthetischen Textilfasermaterials aus organischen Lösungsmitteln, bei dem man dasselbe mit einer Farbstoff oder optischen Aufheller enthaltenden Halogenkohlenwasserstoff-Imprägnierflotte imprägniert und anschliessend eine Dampfzone durchlaufen lässt, die mit Halogenkohlenwasserstoff gefüllt ist, der eine oberhalb seines Siedepunktes liegende Temperatur aufweist, und bei dem keine Kondensation von Halogen-

kohlenwasserstoff auf dem Textilmaterial stattfindet, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass das auf mindestens 100° C vorgewärmte Material mit einem Flottenauftrag von mehr als 100% imprägniert wird und anschliessend so die mit Halogenkohlenwasserstoff gefüllte Dampfzone durchläuft, dass beim Verlassen des Materials der Dampfzone noch mindestens 5% Flotte auf dem Material vorhanden ist.

Es wurde nun gefunden, dass man seidenähnliches Fasermaterial aus linearem hochmolekularem Polyamid, das zu wenigstens 90% die wiederkehrende Einheit der Formel (I)



aufweist, wobei R unabhängig voneinander Wasserstoff oder Methyl bedeutet und in jedem Cyclohexyrling eines der Wasserstoffatome durch die Methylgruppe ersetzt sein kann, nach dem Verfahren des Hauptpatentes färben kann.

Es sind vor allem solche Polyamidfasern der vorstehenden allgemeinen Formel (I), bei denen wenigstens 40 Gewichtsprozent des Diaminobestandteils der wiederkehrenden Einheit die trans-trans-stereoisomere Konfiguration besitzen, und

insbesondere das Polyamidpolykondensat von 4,4'-Diaminodicyclohexylmethan mit Decamethyldicarbonsäure.

Die Herstellung der erfindungsgemäss verwendbaren Polyamidfasern der Formel (I) ist in der US-PS 3 393 210 beschrieben. Derartige Fasermaterialien sind in unterschiedlichen Qualitäten im Handel, je nach Ausrüstung, Denierzahl usw. und von Du Pont als Polyamid Typ 472 und 473 und als «Qiana» (eingetragenes Warenzeichen) erhältlich. Diese letzteren Fasermaterialien haben einen seidenähnlichen Griff, eine Dichte von 1,04 und eine den Polyesterfasern ähnliche Kristallinität, wie dies dem Artikel «The Dyeing of Synthetic Polymer Fibers» von A. Liddiard im «Journal of the Society of Dyers and Colorists», Band 1, Seite 64, Juni 1967 bis September 1969, zu entnehmen ist.

In der genannten US-PS 3 393 210 wird weiter offenbart, dass die Polyamidfasern unter Druck in Gegenwart von Trägern, die üblicherweise bei Polyesterfasern Verwendung finden, bei Temperaturen zwischen 115 und 120° C mit Dispersionsfarbstoffen gefärbt werden können.

Ferner ist im genannten Artikel von Liddiard erwähnt, dass Polyamide von Du Pont Typ 472 mit Dispersionsfarbstoffen beim Siedepunkt der Färbeflotte in Gegenwart eines Trägers oder in Abwesenheit eines Trägers bei noch höheren Temperaturen gefärbt werden können.

Färbungen mit Dispersionsfarbstoffen auf Polyamid Du Pont Typ 472 weisen im allgemeinen eine ungenügende Sublimations-, Licht- und Waschechtheit auf.

Schliesslich wird in der US-PS 3 700 405 ein Verfahren beschrieben, worin man das Fasermaterial mit mindestens einem anionischen Farbstoff aus einer sauren wässrigen Färbeflotte bei Temperaturen von 80 bis 100° C, vorzugsweise von 90 bis 100° C färbt, die spezifische organische Träger enthält.

Die schwierige Färbbarkeit ist der verhältnismässig geringen Zahl und den verhältnismässig schwer zugänglichen freien Aminogruppen der Polyamidfaser zuzuschreiben.

Es wurde verschiedentlich versucht, analog dem bekannten wässrigen Thermosolverfahren, insbesondere Polyesterfasermaterial kontinuierlich zu färben durch Foulardieren aus organischer Flotte wie Perchloräthylen oder Trichloräthylen mit anschliessendem Trocknen unter Rückgewinnung des Lösungsmittels, gefolgt von einer thermischen Behandlung zur Fixierung des Farbstoffes. Die Fixierung des Farbstoffes bietet jedoch besondere Trocknungs- und Migrationsprobleme. Es wurde auch vorgeschlagen, z. B. in dem Artikel von Anderson und Carbone «AATCC Symposium-Textile Solvent Technology» (Januar 1973), 65 bis 71; zitiert im «Journal of the Society of Dyers and Colorists» Vol. 89, Nr. 10, Oktober 1973, durch Verwendung von überhitzten Lösungsmitteldämpfen in einer Operation gleichzeitig zu trocknen und zu fixieren, was gegenüber dem klassischen Thermosolverfahren mit separater thermischer Fixierbehandlung eine vereinfachungs-mässige Vereinfachung bringen würde. Man müsste aber berücksichtigen, dass Perchloräthyldampf wegen der beginnenden thermischen Zersetzung nicht über 150° C erhitzt werden sollte. Wenngleich einzelne Farbstoffe unter vergleichbaren Zeit- und Temperaturbedingungen in Perchloräthyldampf einen besseren Fixiergrad zeigen als in Heissluft, so ist doch die Fixierung bei 150° C bisher niemals vollständig gewesen, so dass die Farbausbeute einer «klassischen» Heissluftthermosolierung bei 200 bis 210° C nicht erreicht werden konnte. Es wurde auch versucht, als Fixiermedium Dämpfe von thermisch stabileren Verbindungen als Perchloräthylen (wie z. B. Äthylenglykol) zu verwenden, was aber apparative und verfahrenstechnische Probleme aufwirft.

Ferner wurde in der US-PS 3 667 898 ein Verfahren vorgeschlagen, worin der Farbstoff in einem organischen Lösungsmittel bzw. Lösungsmittelgemisch auf das Fasermaterial geklotzt und das Fasermaterial anschliessend durch eine Zone,

die mit heissem Lösungsmitteldampf gefüllt ist, während 10 bis 180 Sekunden geleitet wird, um das Lösungsmittel zu verdampfen und den Farbstoff zu fixieren. Der Nachteil dieser Arbeitsweise besteht aber darin, dass die Fixierwerte des Farbstoffes ungenügend sind.

In der US-PS Nr. 3 762 872 wird ein Verfahren zum kontinuierlichen Färben von synthetischen Textilmaterialien mit Dispersionsfarbstoffen aus einer wässrigen oder Halogenkohlenwasserstoff-Flotte beschrieben, worin das bei Raumtemperatur imprägnierte Fasermaterial (unter anderem aus Nylon-Textilmaterial) zunächst getrocknet und gekühlt und dann in eine erste mit gesättigten Lösungsmitteldämpfen gefüllte Zone eingeführt wird. Das Lösungsmittel kondensiert dabei auf dem kalten Material. Das nasse Fasermaterial wird dann in eine zweite mit überhitztem Lösungsmitteldampf gefüllte Zone eingeführt. Bei diesem Verfahren wird die Menge Lösungsmittel auf der Faser erhöht, wodurch eine Verdünnung der Flotte erfolgt, was zu unegaligen Färbungen führt.

Schliesslich wird in der DE-OS 1 922 561 ein ähnliches Verfahren zum kontinuierlichen Färben von synthetischen Textilmaterialien beschrieben, wobei man das Textilmaterial mit einer Flotte eines Farbstoffes in unter anderem einem halogenierten Kohlenwasserstoff imprägniert und anschliessend, vorzugsweise nach einer Zwischentrocknung, mit überhitztem Dampf eines oder mehrerer organischen Lösungsmittel behandelt. Wenn keine Zwischentrocknung erfolgt, kondensiert Lösungsmittel auf dem imprägnierten Textilmaterial. Bei der bevorzugten Ausführung mit Zwischentrocknung dagegen, entsteht das oben beschriebene Migrationsproblem.

Im Gegensatz zu den vorher genannten Verfahren wird in dem erfindungsgemässen Verfahren das Textilmaterial vorgewärmt und während der Behandlung im überhitzten Halogenkohlenwasserstoffdampf die Flotte auf der Ware aufkonzentriert, d. h. die Flottenmenge wird verringert, wobei die Farbstoffmenge, die auf die Faser aufzieht, entsprechend erhöht wird. Dadurch werden nach dem erfindungsgemässen Verfahren egale Färbungen mit sehr gutem Fixiergrad und sehr guter Durchfärbung erhalten. Zudem zeichnet sich das erfindungsgemässe Verfahren durch eine vereinfachte Durchführung aus.

Man hat nun gefunden, dass man synthetische Fasermaterialien aus linearen hochmolekularen Polyamidfasern kontinuierlich mit sehr gutem Fixiergrad aus Halogenkohlenwasserstoffdämpfen, vorzugsweise Perchloräthylen, färben kann, wenn man das auf eine Temperatur von mindestens 100° C vorgewärmte Material mit einer Farbstoff oder optischen Aufheller enthaltenden Halogenkohlenwasserstoff-Imprägnierflotte mit einem Flottenauftrag von mehr als 100° C imprägniert und anschliessend eine mit Halogenkohlenwasserstoff gefüllte Dampfzone, dessen Temperatur über dem Siedepunkt des Halogenkohlenwasserstoffes liegt, so durchlaufen lässt, dass während des Durchlaufes die Flotte auf der Ware aufkonzentriert wird, wobei keine Kondensation von Halogenkohlenwasserstoff auf dem Textilmaterial stattfindet und beim Verlassen des Materials der Dampfzone noch mindestens 5% Flotte auf dem Material vorhanden sind, so dass das Material während des Durchlaufes durch diese Dampfzone nie antrocknet.

Durch dieses Verfahren ist es nun möglich, lineare hochmolekulare Polyamidfasermaterialien kontinuierlich und unterhalb 150° C mit guter Farbausbeute und sehr guten Echtheiten gleichmässig zu färben.

Auch dichtgeschlagene Gewebe, wie Gabardine und Satin, lassen sich sogar besser färben, als es bisher in Wasser möglich war.

Das Behandeln von linearen hochmolekularen Polyamidfasermaterialien in chloriertem Kohlenwasserstoff hat gegenüber wässriger Behandlung den grossen Vorteil, dass voller,

seidenähnlicher Griff erfolgt und selbst die Ware stabilisiert wird.

Das Problem der Farbstofffixierung in Halogenkohlenwasserstoffdämpfen, insbesondere Perchloräthylendämpfen, wird durch das erfindungsgemässe Verfahren weitgehend gelöst. Dieses Verfahren ermöglicht zudem eine Verbesserung des Fixiergrades von ca. 30 bis 50 % gegenüber vorbekannten Verfahren. Da man bei diesem Verfahren nass-in-nass, d. h. ohne Zwischentrocknung, arbeitet, wird einerseits die Gefahr der Farbstoffmigration verhindert und andererseits ein Verfahrensschritt (Zwischentrocknung) eingespart.

Überhitzter Halogenkohlenwasserstoffdampf, insbesondere Perchloräthylendampf, entzieht dem synthetischen Fasermaterial das aufgebrachte Perchloräthylen und trocknet das Fasermaterial. Mit der Entfernung des Perchloräthylens hört die Farbstofffixierung auf. Das Fehlen eines Transportmediums für den Farbstoff verhindert das Eindringen des Farbstoffes in die Faser.

Der überhitzte hat gegenüber gesättigtem Halogenkohlenwasserstoffdampf den wesentlichen Vorteil, dass das Aufheizen des mit Färbeflotte beladenen kälteren Fasermaterials in einer überhitzten Atmosphäre rasch auf die Siedetemperatur des Lösungsmittels erfolgt. Diese Temperatur bleibt so lange konstant, bis das ganze Lösungsmittel von dem Fasermaterial verdampft ist. Erst dann steigt die Temperatur des Fasermaterials bis auf die Temperatur des überhitzten Dampfes. Der überhitzte Dampf, z. B. maximal 145° C für Perchloräthylen, ist in einem gasähnlichen Zustand, wobei der Anteil von dampfgesättigtem Perchloräthylen mit steigender Überhitzungstemperatur immer mehr abnimmt. Auf einem auf mindestens 120° C vorgewärmten, foulardierten und getrockneten Fasermaterial fixiert der Farbstoff praktisch nicht bei anschliessender Behandlung in überhitztem Perchloräthylendampf.

Es ist aus diesem Grund wichtig, dass das Antrocknen des mit Färbeflotte beladenen synthetischen Fasermaterials in der Dampfzone, wo die Fixierung erfolgt, verhindert wird, indem der Halogenkohlenwasserstoff stets in einer genügenden Menge auf dem Fasermaterial vorhanden ist. Nur solange der Halogenkohlenwasserstoff als Transportmedium für den Farbstoff auf der Faseroberfläche vorhanden ist, sind die Fixierungsbedingungen ideal. Der überhitzte Halogenkohlenwasserstoffdampf verhindert dabei, in Kombination mit dem genügenden Flottenauftrag, die Kondensation auf der Ware und vor allem in der Anlage und führt dazu, dass die Fixierung des Farbstoffes auf der Faser aus sehr kurzer Flotte unter optimalen Bedingungen erfolgen kann.

Eine Antrocknung oder ein Austrocknen des Fasermaterials im überhitzten Halogenkohlenwasserstoffdampf wird gemäss vorliegender Erfindung verhindert, indem man das synthetische Fasermaterial mit genügend hohem Flottenanteil in die Dampfzone einführt. Es ist z. B. mittels Pflatschen möglich, Flottenaufträge von etwa 200 bis 400 % auf das Fasermaterial aufzubringen, wobei je nach der Qualität des synthetischen Fasermaterials zu achten ist, dass der Auftrag so erfolgt, dass die Ware nicht tropft. Zudem ist es bei strukturierten Gewirken von Vorteil und oft nötig, derart hohe Aufträge an Flotte durchzuführen, ansonst unregelmässige Aufnahme und Netzung erfolgt.

Das erfindungsgemässe Verfahren, das in Kontinueanlagen, wie Kontinuedämpfer, vorgenommen wird, kann beispielsweise folgendermassen ausgeführt werden:

Man heizt das synthetische Fasermaterial kontinuierlich, z. B. durch Trockenluft, auf eine Temperatur von mindestens 100° C, vorteilhaft 120° C, auf und bringt die Färbeflotte, enthaltend mindestens einen Dispersionsfarbstoff und Halogenkohlenwasserstoff, insbesondere Perchloräthylen, vorzugsweise mittels einer Pflatschwalze auf das vorgeheizte Ma-

terial in genügender Menge auf, so dass das Material mit der Flotte gleichmässig getränkt, jedoch nicht tropfnass ist. Die Flotte soll zweckmässig eine Temperatur von etwa 80° C, höchstens 90° C aufweisen. Das mit einem Flottenauftrag über 100 % getränkte Material wird dann sofort in eine Dampfzone eingeführt, die mit überhitztem Halogenkohlenwasserstoffdampf gefüllt und vorteilhafterweise dasselbe Lösungsmittel, wie die Flotte beinhaltet, aufweist.

Dank der Dämpftemperatur, die höher ist als der Siedepunkt des Halogenkohlenwasserstoffes, wird der aufgebrachten Flotte durch Verdampfen Lösungsmittel entzogen. Dabei erfolgt eine Aufkonzentrierung der Flotte auf der Ware, wobei das Lösungsmittel verdampft. Die sich auf diese Weise bildenden Halogenkohlenwasserstoffdämpfe werden in speziellen Überhitzern wieder auf eine höhere Temperatur als die Verdampfungstemperatur gebracht. Da der Flottenauftrag höher als bei 100 % liegt, wird während der Durchlaufzeit bzw. der Fixierung der Dämpfvorgang so gesteuert, dass wohl eine Flottenkonzentration auf der Ware erfolgt, jedoch die Ware nicht antrocknet und beim Verlassen des Dämpfers noch genügend Halogenkohlenwasserstoff auf der Ware verbleibt. Die bei dieser Arbeitsweise resultierenden Fixierzeiten liegen üblicherweise je nach Farbtiefe zwischen 1 und 20 Minuten. Ein eventuelles Nachwaschen der erhaltenen Färbungen kann in Kontinuelösungsmittelwaschanlagen mit Halogenkohlenwasserstoff erfolgen, da bei oben erwähnter Arbeitsweise nur geringe Mengen nicht fixierter Farbstoffe ausgewaschen werden müssen.

Nach dem Trocknen in üblichen Trocknungsaggregaten wird durch eine kurze Passage der trockenen Ware durch einen gesättigten Wasserdampf der in der Faser verbliebene Resthalogenkohlenwasserstoff durch azeotrope Trocknung vollständig ausgetrieben, und die Ware kann so in üblicher Weise weiter verarbeitet werden.

Die nach diesem Verfahren erhaltenen Färbungen sind hervorragend egal und ausgezeichnet durchgefärbt. Allgemein weisen die Färbungen sehr gute Echtheiten wie Nass- und Trockenechtheiten auf, da eine fast 100 %ige Fixierung der Farbstoffe erfolgt. Dabei sind vor allem die Reibechtheiten nach dem Dämpfen besser als bei dem wässrigen Thermosolverfahren.

Der Flottenauftrag soll sich zweckmässigerweise zwischen 100 und 400 %, vorzugsweise zwischen 150 und 300 %, bezogen auf das Trockengewicht des Fasermaterials, bewegen. Die Temperatur des überhitzten Halogenkohlenwasserstoffdampfes hängt vom eingesetzten Halogenkohlenwasserstoff ab und liegt zwischen etwa 122 und 180° C. Für das bevorzugte Perchloräthylen liegt die Behandlungstemperatur im überhitzten Dampf zwischen 125 und 145° C.

Die Zeit der Behandlung in dem Halogenkohlenwasserstoffdampf kann zwischen 1 und 20 Minuten, vorzugsweise 3 und 10 Minuten liegen.

Wenn Perchloräthylen als Halogenkohlenwasserstoff verwendet wird, soll das Fasermaterial vorzugsweise auf eine Temperatur von mindestens 120° C vorgeheizt werden. Dagegen sollte die Temperatur der Flotte beim Auftrag nicht über etwa 90° C, vorzugsweise nicht über 80° C liegen.

Für das erfindungsgemässe Verfahren kommen als Färbeflotte Halogenkohlenwasserstoffe, insbesondere halogenierte niedere aliphatische Kohlenwasserstoffe in Betracht, vor allem solche, deren Siedepunkt zwischen 60 und 180° C liegt, wie z. B. Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Dichloräthan, Tetrachloräthan, Perchloräthan, 1,1,2-Trichlor-2,2,1-trifluoräthan, Dibromäthylen, 1- oder 2-Chlorpropan, Dichlorpropan, Trichlorpropan, Chlorbutan, 1,4-Dichlorbutan, 2-Chlor-2-methylpropan oder Dichlorhexan, oder auch aromatische Chlor- oder Fluorkohlenwasserstoffe, wie Chlorbenzol, Chlortoluol und Benzotrifluorid. Besonders wertvoll sind zwischen

70 und 130° C siedende Chlorkohlenwasserstoffe, wie Trichloräthylen, 1,1,1-Trichloräthan und besonders Tetrachloräthylen («Perchloräthylen»). Auch Gemische der genannten Halogenkohlenwasserstoffe sind verwendbar.

Die erfindungsgemäss zu verwendenden Farbstoffe sind vorzugsweise Dispersionsfarbstoffe, die den verschiedensten Konstitutionsklassen angehören können, wie beispielsweise den Azo-, insbesondere Monoazo- und Disazofarbstoffen, den Azomethinen, Stilbenderivaten, den Naphthochinon- und Anthrachinonabkömmlingen und den verschiedensten Heterocyclen, wie den Chinophthalon-, Perinon-, Oxazin- und Phthalocyaninfarbstoffen. Ferner kommen Nitro-, Nitroso-, Styryl-, Azamethin-, Polymethin- und Azostyrylfarbstoffe in Betracht. Auch Metallkomplexfarbstoffe von Kupfer, Nickel, Chrom, Kobalt, Eisen und Aluminium, die Affinität zu synthetischen Fasern besitzen und im Charakter den Dispersionsfarbstoffen entsprechen, lassen sich einsetzen. Die Farbstoffe können gegebenenfalls auch reaktive Gruppen tragen.

Bevorzugt sind metallfreie Mono- oder Disazofarbstoffe, Nitrofarbstoffe, Methinfarbstoffe und Anthrachinonfarbstoffe.

Unter Farbstoffen werden auch optische Dispersionsaufheller verstanden, z. B. Aufheller aus der Cumarin-, Azol- oder Naphthalamidreihe.

Die erfindungsgemäss verwendbaren Farbstoffe sind bekannt und können nach bekannten Methoden hergestellt werden.

Die Mengen, in denen die Dispersionsfarbstoffe in den erfindungsgemässen organischen Färbädern verwendet werden, können je nach der gewünschten Farbtiefe in weiten Grenzen schwanken, im allgemeinen haben sich Mengen von 0,001 bis 10 Gewichtsprozent eines oder mehrerer der genannten Farbstoffe, bezogen auf das Färbegut, als vorteilhaft erwiesen.

Verwendet man in siedendem Perchloräthylen lösliche Dispersionsfarbstoffe, so kann man die handelsüblichen Farbstoffe in geeigneter Formulierung einsetzen. Liegen die Farbstoffe mindestens zum Teil in dispergiertem Zustand in der organischen Färbeflotte vor, so ist die Anwesenheit von Dispergatoren angezeigt.

Mit Vorteil verwendet man Dispersionsfarbstoffe, die in siedendem Perchloräthylen schwerlöslich sind und ein Dispergiermittel enthalten, das in polyhalogeniertem niederem aliphatischem Kohlenwasserstoff löslich ist, jedoch den Dispersionsfarbstoff nicht solubilisiert. Besonders bevorzugt sind Dispersionsfarbstoffe, die in siedendem Perchloräthylen eine Löslichkeit von höchstens 0,05 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,03 Gewichtsprozent und eine Teilchengrösse von höchstens 5 μ , vorzugsweise zwischen 0,1 bis 3 μ aufweisen.

Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, die Dispersionsfarbstoffe in Form von Farbstoffzubereitungen, wie beispielsweise in der BE-PS 791 517 beschrieben, einzusetzen. Diese enthalten beispielsweise ein Dispergiermittel, wie z. B. ein modifiziertes Polyvinylpyrrolidon («Antaron» V 216), und einen in halogenierten Kohlenwasserstoffen löslichen, oberhalb 200° C siedenden Kohlenwasserstoff, wie z. B. Paraffinöl.

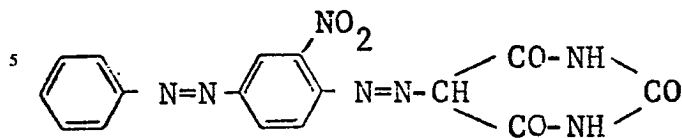
Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich zum Färben von synthetischem Fasermaterial verschiedenster Art, wie Gewebe, Gewirke, Vliese und Spinnkabel, auch in Mischungen mit Naturfasern in den verschiedensten Verarbeitungsstadien, nach an sich bekannter kontinuierlicher Methode.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie darauf zu beschränken. Darin sind die Temperaturen in Celsiusgraden angegeben und Teile bedeuten Gewichtsteile.

Beispiel 1

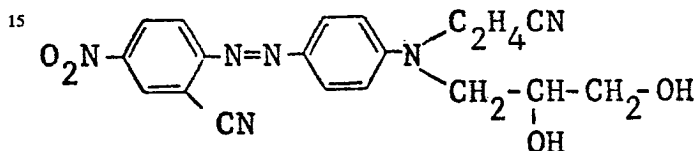
Ein stabilisiertes «Qiana»-Gewebe wird auf 120° C vorgeheizt und kontinuierlich durch eine Pflatschwalze mit einer Färbeflotte von einer Temperatur von 80°, bestehend aus:

a) 2 g einer Stammdispersion, enthaltend 0,6 g des gelben Farbstoffes der Formel



10 0,6 g eines modifizierten Polyvinylpyrrolidons («Antaron» V 216) und 0,8 g Paraffinöl und

b) 0,2 g einer Stammdispersion, enthaltend 0,06 g des roten Farbstoffes der Formel



20 0,06 g «Antaron» V 216 und 0,08 g Paraffinöl und

c) 998 ml Perchloräthylen und einer Flottenaufnahme von 200%, bezogen auf das Trockengewicht, imprägniert und kontinuierlich in einem Hängeschleifendämpfer mit überhitztem Perchloräthylendampf von 135° während 6 Minuten behandelt. Die Ware, die den Dämpfer verlässt, weist noch mindestens 15% Flotte, berechnet auf das Trockengewicht, an Perchloräthylen auf. Die Ware wird anschliessend in einer Kontinuierwaschanlage für Perchloräthylen bei einer Temperatur des Lösungsmittels von 30° ausgewaschen und getrocknet. Nach dem Trocknen dämpft man 2 Minuten in gesättigtem Wasserdampf von 100° und erhält eine praktisch perchloräthylenfreie Ware.

35 Man erhält ein sehr gut fixiertes, egal gefärbtes goldgelbes «Quiana»-Gewebe.

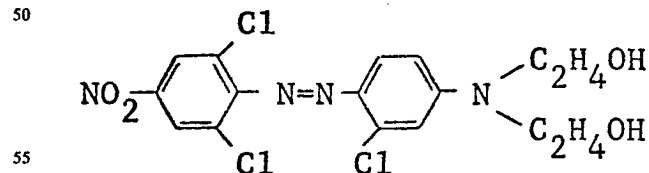
Die Stammdispersionen wurden wie folgt hergestellt:

54 g des Farbstoffes werden mit 54 g «Antaron» V 216 und 72 g Paraffinöl solange in einer Perlkugelmühle vermahlen, bis die Teilchengrösse kleiner als 3 μ ist. Nach dem Abtrennen des Mahlmittels hat man ein 30%iges flüssiges Färbepreparat.

Beispiel 2

45 Verfährt man wie im Beispiel 1 angegeben, imprägniert jedoch mit einer Färbeflotte, bestehend aus:

10 g einer Stammdispersion, enthaltend 1,5 g des orangen Farbstoffes der Formel

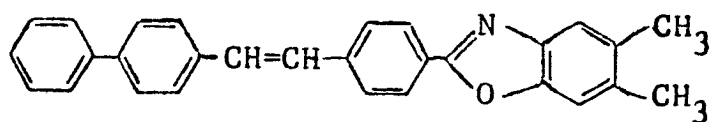


55 4,5 g «Antaron» V 216 und 4 g Paraffinöl; und 990 ml Perchloräthylen, so erhält man ein sehr gut fixiertes «Qiana»-Gewebe, das egal gefärbt ist und einen hohen Glanz und schönen seidenähnlichen Griff aufweist.

Beispiel 3

Ein Stabilisiertes «Qiana»-Gewebe wird auf 120° vorgeheizt und kontinuierlich durch eine Pflatschwalze mit einer Aufhellerflotte von 80°, bestehend aus:

65 5 g einer Stammdispersion, enthaltend 1,5 g des optischen Aufhellers der Formel



1,5 g «Antaron» V 216 und 2 g Paraffinöl; und 995 g Perchloräthylen mit einer Flottenaufnahme von 250% imprägniert und in einem Kontinuedämpfer als Rollenkufe in einer Perchloräthylenatmosphäre von 135° während 10 Minuten gedämpft. Dabei kann beobachtet werden, dass die Perchloräthylen-nasse Ware während des Durchlaufes eine Dampfbildung hervorruft und bis zum Dämpferausgang an Nässe

verliert, ohne jedoch anzutrocknen. Durch spezielle Dampfüberhitzer wird während des ganzen Warendurchlaufes die Temperatur bei 135° im Dämpfer gehalten.

Man stellt das erhaltene aufgehellte Gewebe wie im Beispiel 1 fertig. Man erhält ein weisses Gewebe mit einem hohen brillanten Weiss.