



Patentgesuch für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **AUSLEGESCHRIFT** A3

⑪

621 226 G

<p>⑳① Gesuchsnummer: 5987/74</p> <p>㉒② Anmeldungsdatum: 02.05.1974</p> <p>㉓③ Priorität(en): 05.05.1973 GB 21529/73 05.03.1974 GB 9723/74</p> <p>㉔④ Gesuch bekanntgemacht: 30.01.1981</p> <p>㉕④ Auslegeschrift veröffentlicht: 30.01.1981</p>	<p>㉖⑦ Patentbewerber: CIBA-GEIGY AG, Basel</p> <p>㉗⑦ Erfinder: Dr. James Kenneth Skelly, Wilmslow/Ches (GB) David George Evans, Rochdale/Lancs (GB) Barrie Broadbent, Stockport/Ches (GB)</p> <p>㉘⑥ Recherchenbericht siehe Rückseite</p>
--	---

⑤④ **Verfahren zum egalieren Färben von hydrophoben Textilfasern.**

⑤⑦ Man bringt die hydrophoben Textilfasern (1) mit einem System aus zwei flüssigen Phasen in Berührung, das aus

a) einem aktiven organischen Lösungsmittel, welches einen in Wasser nicht löslichen Farbstoff gelöst enthält und mit Wasser beschränkt mischbar ist, und

b) Wasser als inertem Auffüll-Lösungsmittel besteht, und

(2) fixiert den Farbstoff auf der Faser durch eine Hitzebehandlung, wobei die Fixierung ebenfalls in dem System mit zwei flüssigen Phasen erfolgt.



RAPPORT DE RECHERCHE
RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:
Patentgesuch Nr.:

CH 5987/74

I.I.B. Nr.:

HO 12 833

Documents considérés comme pertinents Einschlägige Dokumente			
Catégorie F.ategorie	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.	
X	<u>FR - A - 1 173 950 (BASF)</u> * Patentansprüche 1,2; Seite 1, linke Spalte, Zeile 15 bis rechte Spalte, Zeile 15; Seite 1, rechte Spalte, Zeile 35 bis Seite 2, linke Spalte, Zeile 24; Seite 3 linke Spalte, Zeilen 11-19 * --	1,2,7, 16,17	
A	<u>FR - A - 2 038 526 (UGINE KUHLMANN)</u> * Patentansprüche 1,8; Seite 4, Zeilen 17-22, 31-32; Seite 5, Zeilen 20-28; Beispiele 19 und 20 * --	1,7,14	Domaines techniques recherchés Recherchierte Sachgebiete (INT. CL.2)
A	<u>FR - A - 2 146 351 CIBA-GEIGY)</u> * Patentansprüche 1,4,5,18; Seite 1, Zeile 26 bis Seite 2, Zeile 23; Seite 5, Zeilen 10-18 * --	1	D 06 P 1/90 D 06 P 1/00
A	<u>FR - A - 2 134 249 (GRUNOW)</u> * Patentansprüche 1,2,4,7,12,14; Beispiele 4 bis 8; Seite 4, Zeilen 9-19 * --	1	
	<u>FR - A - 1 303 290 (SANDOZ)</u> * Seite 1, linke Spalte, Absätze 2,3; rechte Spalte, Absatz 1; Seite 2, linke Spalte, Absätze 1,2; Patentanspruch 1 * -----	1	

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 **alle**
Recherchierte Patentansprüche:

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches
Nicht recherchierte Patentansprüche:

Raison:
Grund:

Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche

Examineur I.I.B./I.I.B Prüfer

9. Mai 1978

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum egalieren Färben von hydrophoben Textilfasern, dadurch gekennzeichnet, dass man

(1) die Fasern mit einem System aus zwei flüssigen Phasen, bestehend aus

a) einem aktiven organischen Lösungsmittel, das einen in Wasser nicht löslichen Farbstoff gelöst enthält und mit Wasser beschränkt mischbar ist, und

b) Wasser als inertem Auffüll-Lösungsmittel, in Kontakt bringt und

(2) den Farbstoff auf der Faser durch eine Hitzebehandlung fixiert, wobei die Fixierung ebenfalls in dem System mit zwei flüssigen Phasen erfolgt.

2. Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das aktive Lösungsmittel Toluol, 1-Methylnaphthalin, Benzoessäurebutylester, 2-Phenoxyäthanol, Salicylsäuremethylester, 1,2-Dichlorbenzol, Salicylsäureäthylester, Phthalsäure-di-n-butylester, Benzylacetat, Cyclohexanon, 1,2,4-Trichlorbenzol, n-Octansäure, Monochlorphenoxyäthanol oder Benzylalkohol ist.

3. Verfahren nach Patentanspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das aktive Lösungsmittel 2-Phenoxyäthanol ist.

4. Verfahren nach Patentanspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das aktive Lösungsmittel 1,2-Dichlorbenzol ist.

5. Verfahren nach Patentanspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das aktive Lösungsmittel Cyclohexanon ist.

6. Verfahren nach einem der Patentansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der verwendete Farbstoff praktisch kein Dispergiermittel enthält.

7. Verfahren nach einem der Patentansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass ein Ausziehfarbverfahren verwendet wird und die Menge des aktiven Lösungsmittels 1 bis 2 Gewichtsteile pro Gewichtsteil Faser beträgt.

8. Verfahren nach Patentanspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Wassers 5 bis 20 Gewichtsteile pro Gewichtsteile Faser beträgt.

9. Verfahren nach Patentanspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Farbstoff durch rasche Erhöhung der Temperatur auf den Kochpunkt der Färbeflotte und Halten bei diesem Punkt während 2 bis 10 Minuten fixiert wird.

10. Verfahren nach einem der Patentansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass ein Kontinuumverfahren angewendet wird und die Menge des aktiven Lösungsmittels 25 bis 200 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile Faser beträgt.

11. Verfahren nach Patentanspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Wassers 50 bis 250 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile Faser beträgt.

12. Verfahren nach Patentanspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Farbstoff durch Anwendung von Dampf während 10 Minuten fixiert wird.

13. Verfahren nach einem der Patentansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem Fixieren das aktive Lösungsmittel durch Spülen in einem flüchtigen Lösungsmittel entfernt wird, das das aktive Lösungsmittel löst, wobei eine Temperatur zur Anwendung kommt, bei der der fixierte Farbstoff praktisch nicht aufgelöst wird.

14. Verfahren nach Patentanspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das flüchtige Lösungsmittel Perchloräthylen ist.

15. Anwendung des Verfahrens gemäss Patentanspruch 1 auf Textilmaterial aus Polyesterfasern.

16. Das nach dem Verfahren gemäss Patentanspruch 1 erhaltene gefärbte Textilmaterial.

Die Erfindung betrifft ein neues Färbeverfahren, im besonderen ein Färbeverfahren aus einer zweiphasigen Suspension.

Das Färben von Textilfasern geschieht im allgemeinen in wässriger Lösung, wobei jedoch das zunehmende Bewusstsein der mit der Verschmutzung von Flüssen und Seen und einem übermässigen Verbrauch beschränkter Wasserreserven verbundenen Umweltprobleme die Suche nach Wegen zu einer Verminderung des Wasserverbrauchs beim Färben und für eine geeignete Behandlung des verwendeten Wassers beschleunigt hat. Die grössten Anstrengungen wurden bislang offenbar auf die Entwicklung von Farbstoffen gerichtet, die aus organischen Lösungsmitteln mit einer wesentlich geringeren Verdampfungswärme als Wasser angewendet werden können, so dass das Lösungsmittel durch Destillation wirtschaftlich wiedergewonnen werden kann. Das Arbeiten erfolgt nahezu ausschliesslich mit nichtpolaren Lösungsmitteln wie z. B. Perchloräthylen. Nachteilig ist dessen Toxizität, die sorgfältig verarbeitete Apparaturen verlangt, um Leckstellen zu verhindern.

Es wurde nunmehr gefunden, dass anstelle des Färbens in organischer Lösung man durch Färben in einem Gemisch aus einem aktiven Lösungsmittel und Wasser als inerten, Auffülllösungsmittel diese Nachteile überwinden und die Färbezeiten beträchtlich senken kann. Die Färbeflotte bildet dabei ein Zweiphasen-System. Die Lösungsmittel können anschliessend wiedergewonnen werden.

Zwar ist es schon bekannt, aus Färbebädern, welche aus zwei Phasen bestehen, zu färben. So beschreibt z. B. die französische Patentschrift 1 173 950 ein Verfahren zum Klotzfärben von unvorbehandeltem Textilgut mit einem Färbebad, enthaltend Farbstoff, Wasser und in Wasser nicht oder nur teilweise lösliches organisches Lösungsmittel. Das Färbebad besteht aus zwei flüssigen Phasen, wobei der Farbstoff dispergiert bzw. in der Wasserphase gelöst ist.

Die französische Patentschrift 2 038 526 beschreibt ein Verfahren zum Färben von Textilmaterialien von basischem Charakter mit einem Färbebad, das aus einem Drei-Komponentengemisch besteht, welches zwei Phasen bildet, nämlich eine hydrophile Phase, bestehend aus Wasser und einem hydrophilen Lösungsmittel, und eine hydrophobe Phase, bestehend aus einem hydrophoben organischen Lösungsmittel. Der Farbstoff ist in der hydrophilen Phase gelöst bzw. dispergiert.

Die französische Patentschrift 2 146 351 beschreibt ein ähnliches Verfahren zum Färben von keratinhaltigem Textilmaterial und die französische Patentschrift 1 303 290 ein Verfahren zum Färben von Cellulose, wobei der Farbstoff in diesen Verfahren ebenfalls in der hydrophilen Phase bzw. im Wasser gelöst ist.

Schliesslich beschreibt die französische Patentschrift 2 134 249 ein Verfahren zur Behandlung von Fasermaterial, welches ebenfalls ein Zwei-Phasensystem verwendet. Das Behandlungsmittel ist in der wässrigen Phase enthalten. Ein wesentliches Merkmal dieses Verfahrens ist, dass man zum Schluss der Behandlung ein Emulgiermittel hinzufügt.

In keinem dieser Verfahren ist der Farbstoff, wie in der vorliegenden Erfindung, in der hydrophoben Phase gelöst. Es ist aber gerade diese Massnahme, die zu egalieren Färbungen auf hydrophoben Textilfasern führt.

Erfindungsgemäss erfolgt das Färben von hydrophoben Textilfasern dadurch, dass man

(1) die Fasern mit einem System aus zwei flüssigen Phasen, bestehend aus

a) einem aktiven organischen Lösungsmittel, das einen in Wasser nicht löslichen Farbstoff gelöst enthält und mit Wasser beschränkt mischbar ist, und

b) Wasser als inertem Auffüll-Lösungsmittel, in Kontakt bringt und

(2) den Farbstoff auf der Faser durch eine Hitzebehandlung fixiert, wobei die Fixierung ebenfalls in dem System mit zwei flüssigen Phasen erfolgt.

Das aktive Lösungsmittel ist unter den Färbebedingungen flüssig, löst den Farbstoff, ist in dem inerten Lösungsmittel unlöslich oder nur schwach löslich und die Fixieraffinität der Faser zum Farbstoff bei der zum Fixieren erforderlichen Temperatur ist grösser als die des aktiven Lösungsmittels zum Farbstoff.

Nach diesem Verfahren erhält man egale Färbungen.

Beispiele für aktive Lösungsmittel sind Phenyl-Cellosolve, Toluol, 1-Methylnaphthalin, Benzoesäurebutylester, 2-Phenoxyäthanol, Salicylsäuremethylester, 1,2-Dichlorbenzol, Salicylsäureäthylester, di-n-Phthalsäurebutylester, Benzylacetat, Cyclohexanon, 1,2,4-Trichlorbenzol, n-Octansäure, Monochlorphenoxyäthanol und Benzylalkohol. Besonders geeignet sind 1,2-Dichlorbenzol, Cyclohexanon, Benzylalkohol und im besonderen «Phenyl-Cellosolve» und 2-Phenoxyäthanol.

Ist das aktive Lösungsmittel in dem inerten Lösungsmittel etwas löslich, sollte es in einer Menge verwendet werden, die grösser ist als seine Löslichkeit in dem inerten Lösungsmittel. Vorzugsweise sollte das aktive Lösungsmittel durch ein anderes Lösungsmittel, z. B. durch Waschen, leicht entfernbar sein. Ein geeignetes Waschlösungsmittel ist Perchloräthylen, und das Waschen bei Raumtemperaturen erfolgen kann, besteht der Vorteil, dass wenig toxische Dämpfe freigesetzt werden.

Die Dichte des inerten Lösungsmittels ist nicht kritisch, wobei es jedoch die gleiche oder praktisch gleiche Dichte wie das aktive Lösungsmittel haben kann. Zum Einstellen der Dichte kann gegebenenfalls eine Verbindung wie z. B. Natriumsilikat zugesetzt werden.

Das Färbeverfahren kann unter Verwendung von handelsüblichen Farbstoffen durchgeführt werden, wird jedoch vorzugsweise in Abwesenheit eines Dispergiermittels durchgeführt, und der verwendete Farbstoff kann ein solcher sein, der praktisch kein Dispergiermittel enthält.

Das erfindungsgemässe Färbeverfahren kann beispielsweise ein Auszieh- oder Kontinuerverfahren, ein Druck- oder ein Space-Dyeing-Verfahren sein. Das Verfahren kann auf jede Art von hydrophobem Garn oder Gewebe, beispielsweise auf Polyester, angewendet werden.

Bei einem Ausziehfarbverfahren wird die Faser zuerst mit dem in der aktiven Lösungsmittel-Phase gelösten Farbstoff imprägniert, bis dieser gleichmässig durch die Faser verteilt ist, was 1 bis 10 Minuten dauern kann, im allgemeinen jedoch nach etwa 2 Minuten beendet ist, was im Vergleich zu üblichen Ausziehfarbverfahren eine extrem kurze Zeitdauer ist. Die Imprägnierung erfolgt zweckmässigerweise bei Raumtemperatur.

Die Menge des verwendeten Farbstoffs hängt von der gewünschten Nuancierung ab, beträgt jedoch im allgemeinen zwischen 0,1 und 10 Gewichtsteile pro 100 Teile Fasergewicht. Die Menge des aktiven Lösungsmittels beträgt zweckmässigerweise 0,1 bis 3 Teile, vorzugsweise 0,5 bis 2 Teile und im besonderen 1 bis 2 Gewichtsteile pro Teil Fasergewicht. Die Menge des Wassers beträgt zweckmässigerweise 2 bis 50 Teile, vorzugsweise 5 bis 20 Gewichtsteile pro Gewichtsteil Fasergewicht.

Nach der Imprägnierung kann der Farbstoff dadurch fixiert werden, dass man die Temperatur rasch auf die Fixiertemperatur erhöht, die zwischen 60 und 130° C, vorzugsweise 80 bis 120° C schwanken kann. Vorzugsweise wird bis zum Kochpunkt der Färbeflotte erhitzt und bei der gewählten Temperatur während einer geeigneten Zeitspanne, beispielsweise 1 bis 30 Minuten, vorzugsweise 2 bis 20 Minuten, gehalten. Es hat sich gezeigt, dass 2 bis 10 Minuten für die Fixierung des Farbstoffs ausreichend sind.

Nach dem Fixieren kann das Wasser abgelassen und die Faser anschliessend in einem flüchtigen Lösungsmittel, das das aktive Lösungsmittel löst, bei einer Temperatur abgespült werden, bei der der fixierte Farbstoff praktisch nicht aufgelöst

wird, beispielsweise zwischen 20 und 60° C, vorzugsweise jedoch bei Raumtemperatur. Beispiele für flüchtige Lösungsmittel sind Trichloräthan, Trichloräthylen, White Spirit (Testbenzin) und Perchloräthylen. Die Faser kann anschliessend in einem heissen Luft- oder Dampfstrom getrocknet werden.

Die einzelnen Lösungsmittel können anschliessend durch Destillation getrennt und wiedergewonnen werden. Wahlweise kann bei Verwendung eines dampfflüchtigen aktiven Lösungsmittels dieses durch Dampfdestillation bei gewöhnlichem Druck oder unter vermindertem Druck wiedergewonnen werden.

Bei einem kontinuierlichen Färbeverfahren wird das Gewebe zuerst mit dem Wasser benetzt. Netzmittel werden zweckmässig nicht verwendet. Die Menge des Wassers beträgt im allgemeinen 50 bis 250 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile Gewebe. Anschliessend kann ein Gemisch des aktiven Lösungsmittels und des Farbstoffs gleichmässig, beispielsweise mit Hilfe einer Rakel, aufgebracht werden. Die Menge des aktiven Lösungsmittels beträgt vorzugsweise 25 bis 200 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile Gewebe. Die Menge des verwendeten Farbstoffs hängt von der verlangten Nuancierung ab, liegt jedoch im allgemeinen zwischen 0,1 und 10 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteile Gewebe.

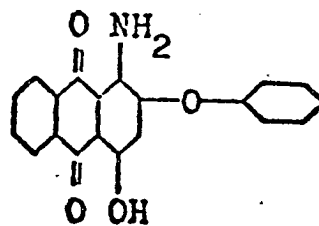
Nachdem der Farbstoff auf das Gewebe aufgebracht wurde, wird er beispielsweise mittels Dampf während 10 Minuten fixiert. Andere Fixierverfahren verwenden Leitungs-, Konvektions- oder Strahlungswärme, beispielsweise eine Mikrowellenstrahlung bei einer Frequenz von 900 oder 2450 MHz oder dielektrisches Erwärmen bei einer Frequenz von 13,5, 27 oder 40 MHz.

Nach dem Fixieren kann das aktive Lösungsmittel auf die gleiche Weise, wie dies für das Ausziehfarbverfahren beschrieben wurde, durch Spülen in einem flüchtigen Lösungsmittel entfernt werden, das das aktive Lösungsmittel löst, bei einer Temperatur, bei der der fixierte Farbstoff praktisch nicht gelöst wird, was vorzugsweise mit Perchloräthylen geschieht. Das Gewebe kann anschliessend in einem heissen Luft- oder Dampfstrom getrocknet und die einzelnen Lösungsmittel anschliessend durch Destillation wiedergewonnen werden. Wahlweise kann bei Verwendung eines dampfflüchtigen Lösungsmittels dieses durch Dampfdestillation bei gewöhnlichem Druck oder unter vermindertem Druck wiedergewonnen werden.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert, wobei die Teile Gewichtsteile sind.

Beispiel 1

100 Teile Polyesterfaser wurden während 2 Minuten bei 20° C mit einer Flotte enthaltend ein Gemisch aus 100 Teilen 1,2-Dichlorbenzol, 900 Teilen Wasser und 0,5 Teilen eines Dispersions-Farbstoffes folgender Formel imprägniert:



Die Temperatur der Flotte wurde rasch auf 100° C erhöht und zur Fixierung des Farbstoffs während 2 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Die Flotte wurde abgelassen und die Faser zweimal bei 20° C in Perchloräthylen gespült und anschliessend in einem heissen Luftstrom getrocknet.

Es wurde ein voller roter Farbton erhalten.

