



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Veröffentlichungsnummer:

0 226 982
B1

⑫

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

⑯ Veröffentlichungstag der Patentschrift: 23.05.90

⑮ Int. Cl.⁵: **D 06 P 3/14, D 06 P 1/00**

⑯ Anmeldenummer: 86117358.1

⑯ Anmeldetag: 12.12.86

④ Verfahren zum Färben von Wolle.

⑩ Priorität: 18.12.85 DE 3544796

⑩ Patentinhaber: HOECHST

AKTIENGESELLSCHAFT
Postfach 80 03 20
D-6230 Frankfurt am Main 80 (DE)

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
01.07.87 Patentblatt 87/27

⑦ Erfinder: VON DER Eltz, Hans-Ulrich, Dr.
Willibrachtstrasse 14
D-6000 Frankfurt am Main (DE)
Erfinder: Röstermundt, Karl-Heinz
Weidfeldstrasse 38
D-6236 Eschborn (DE)
Erfinder: Türschmann, Klaus
Schweriner Weg 28
D-6238 Hofheim am Taunus (DE)

⑯ Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
23.05.90 Patentblatt 90/21

⑧ Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR GB IT LI

⑯ Entgegenhaltungen:
EP-A-0 193 053
DE-A-2 700 153
GB-A- 960 269
GB-A-1 458 632
GB-A-2 006 277
GB-A-2 023 187

MELLIAND TEXTILBERICHTE, Band 45, Nr. 1,
1964, Seiten 51-54, Heidelberg, DE; N.
KOLLODZEISKI: "Remazolan-Farbstoffe, eine
neue Farbstoffgruppe für die Wolle"

EP 0 226 982 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 226 982 B1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum egalen Färben von Wolle oder des Wollanteils von Fasermischungen nach der Ausziehfärbetechnik, wobei wäßrige Flotten von unter stark sauren Bedingungen ziehenden Farbstoffen bei pH-Werten zwischen 2 und 3 auf dem Farbgut unter Erhitzen zur Einwirkung gebracht werden.

Das Färben von Wolle aus wäßrigem Medium mit Säurefarbstoffen bei pH-Werten von 2 bis 3 ist hinlänglich bekannt. Man erzeugt diesen pH-Wert üblicherweise durch Zusatz starker Sären zum Färbebad, z.B. von Schwefelsäure oder Ameisensäure. Die dabei in der Praxis verwendeten Farbstoffe ergeben auf dem gefärbten Textilmaterial im allgemeinen ein Echtheitsniveau, das zwar für Stückwaren aus Wolle ausreicht, für Kammzüge, Garn oder Flocke jedoch nicht genügt. Das Egalisierverhalten der so applizierten Farbstoffe ist hingegen gut und bereitet normalerweise keine Schwierigkeiten.

Allerdings weisen Wollfärbungen mit den Sortimenten von solchen stark sauer zu färbenden Säurefarbstoffen in der Trichromie, und da vor allem im Rot- und Blau-Bereich des Farbspektrums, oft Schwächen im Hinblick auf die Naßechtheitseigenschaften auf, die den Färber zwingen, auf echtere Komponenten mit dem gesuchten Farbton auszuweichen, was aber wiederum Komplikationen bezüglich des Egalfärbens einbringt.

Gleichfalls ist das Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen dem Fachmann inzwischen geläufig. Diese Farbstoffklasse wird auf Wolle unter Beachtung verschiedenartigster Vorsichtsmaßnahmen bei pH-Werten im Bereich von 5,5 bis 6,5 gefärbt. Die besagten einschränkenden Vorkehrungen, wie z.B. Einhalten von Temperaturstufen, Färbeablauf mit sehr langen Aufheizzeiten der Flotte u.a., dienen in erster Linie dazu, egale Färbungen zu erzielen, denn darin liegen in der Regel die Probleme beim Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen. Dafür resultieren unter diesen schwach sauren Bedingungen Färbungen mit sehr hohem Echtheitsniveau.

Wohl ist in der Musterkarte S 8126 "®Remazolan-Farbstoffe auf Wolle" der Farbwerke Hoechst AG aus dem Jahre 1963 das Ausziehfärben von Wollartikeln mit Reaktivfarbstoffen vom Vinylsulfon-Typ auch aus stark sauren Flotten beschrieben, doch hat sich das dort erläuterte Färbeverfahren noch nicht von dem Vorurteil entfernt, daß egale Färbungen nur unter Beachtung ausgedehnter Aufheizzeiten zu erhalten sind. Die Echtheitseigenschaften derartiger, im stark sauren Milieu erzeugten Färbungen stehen indessen etwas hinter dem Standard nach der oben erwähnten Arbeitstechnik bei schwach sauren pH-Werten zurück.

Aufgabe der in Rede stehenden Erfindung war es also, ein Färbeverfahren für Wolle zu entwickeln, welches es dem Färber erlaubt, bei Bewahrung ausgezeichneter Egalität Trichromie-Färbungen unter stark sauren Bedingungen, jedoch mit angehobenem Echtheitsniveau zu gewinnen, und das es ermöglicht, die Echtheitsschwächen in den Sortimenten der stark saur ziehenden Säurefarbstoffe auszuschalten, ohne das Färbeverfahren ändern zu müssen.

Die zuvor dargelegte Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man in Trichromie-Rezepten stark sauer ziehende Säurefarbstoffe und Reaktivfarbstoffe miteinander kombiniert, wobei in den Echtheitseigenschaften nicht genügende Säurefarbstoffe durch Reaktivfarbstoffe mit gleicher oder ähnlicher Nuance ersetzt werden.

Das dem neuartigen Färbeverfahren zugrundeliegende Prinzip mußte jedoch dem Fachmann völlig absurd erscheinen, denn ihm ist einerseits das gute Egalisierverhalten der stark sauer ziehenden Säurefarbstoffe vertraut — weswegen er diese ja auch für Wollstückware gerne einsetzt —, andererseits aber weiß er um die Egalisierschwierigkeiten beim Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen.

Nach der Erfindung hat sich nun aber herausgestellt, daß Reaktivfarbstoffe — besonders vom Typ der Vinylsulfon-Verbindungen — bei pH-Werten von 2 bis 3 egale Färbungen auf Wolle erlauben, wobei das bekannte, sonst hohe Echtheitsniveau von Färbungen mit Reaktivfarbstoffen hier nur unwesentliche Einbußen erleidet. Diese nicht vorhersehbaren Erkenntnisse führten dazu, in Trichromie-Rezepten Farbstoffe aus den beiden so unterschiedlichen Farbstoffklassen zu kombinieren, um auf dieser Grundlage bessere Naßechtheitseigenschaften der beabsichtigten Wollfärbungen zu realisieren, ohne daß die Gefahr eines unegalen Warenbildes in Kauf genommen werden muß.

Nun wird in der GB-A-960 269, welche mit dem einheitlichen Färben von Wolle/Acrylfaser-Mischungen aus saurem Medium mit Reaktivfarbstoffen in Gegenwart kationaktiver Hilfsmittel befaßt ist, wohol erwähnt, daß in besonderen Fällen die Ton-in-Ton-Färbung beider Faserarten durch Mitverwendung von Walkfarbstoffen günstig beeinflußt werden kann, soß sie den geforderten Licht- und Naßechtheiten genügt. Nirgendwo aber in der GB-PS ist vom Ersatz stark sauer ziehender Säurefarbstoffe durch Reaktivfarbstoffe die Rede.

Für das Färben von Wollfasern bzw. des Wollanteils von Fasermischungen nach dem vorliegenden Verfahren gelangen als Säurefarbstoffe die im Colour Index, 3. Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 unter der Bezeichnung "C.I. Acid Dyes" aufgelisteten chemischen Verbindungen zur Anwendung, mit der Einschränkung, daß erfindungsgemäß nur solche Vertreter dieser Farbstoffkategorie als brauchbar angesehen werden, für deren Applikation die unter der Überschrift "The Dyeing of Wool" im Band 1, Seite 1001 angeführte Färbemethode 3 empfohlen wird. Dies trifft für solche Farbstoffe zu, die unter Einsatz von Schwefelsäure gefärbt werden.

Als Reaktivfarbstoffe für die Durchführung der Erfindung kommen die im Colour Index, 3. Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 unter dem Gattungsbegriff "C.I. Reactive Dyes" bekannten organischen

EP 0 226 982 B1

Farbstoffe in Betracht, die mit OH— gruppen- und/oder NH-gruppenhaltigen Fasern eine kovalente Bindung einzugehen in der Lage sind. Es handelt sich hierbei vorwiegend um solche Farbstoffe, die mindestens eine mit Hydroxyl- oder Aminogruppen im Fasermaterial mit Polyamid-Struktur reaktionsfähige Gruppe, eine Vorstufe hierfür oder einen mit den erwähnten Bestandteilen des Fasermoleküls reaktionsfähigen Substituenten enthalten.

Vorzugsweise werden für das vorliegende Verfahren Farbstoffe vom Vinylsulfon-Typ eingesetzt, mit denen die Faser nach einem Additionsmechanismus über die Vinylsulfon-Form des Farbstoffes reagiert. Außer dem Vinylsulfon-Rest selbst als der mit dem Textilgut aus Wolle reaktionsfähigen Gruppe können derartige Farbstoffe als Vorläufer dieser charakteristischen Gruppierung die β -Sulfatoethysulfongruppe, die β -Chlorethylsulfongruppe oder die β -Dialkylamino-ethylsulfongruppe aufweisen, die während des Färbevorganges unter zwischenzeitlicher Ausbildung der Vinylsulfon-Form mit der Faser in Reaktion treten.

Ebenso geeignet beim beanspruchten Verfahren sind die Umwandlungsprodukte solcher bekannter Sulfonyl-Reaktivfarbstoffe mit z.B. Methyltaurin, in denen die Reaktivgruppe vorübergehend in maskierter Form vorliegt.

Reaktivfarbstoffe mit anderen Reaktivsystemen können nur nach äußerst strenger Auswahl für das neue Verfahren eingesetzt werden, weil nur einzelne Farbstoffe aus derartigen Sortimenten sich unter den stark sauren Applikationsbedingungen auf Wolle egal färben lassen.

Umso mehr überrascht es, daß Farbstoffe, die neben einem Reaktivrest vom Vinylsulfon-Typ oder einer als Vorläufer davon oben beschriebenen Reaktivgruppierung zusätzlich eine oder mehrere, mit der Wolle nach dem Substitutionsmechanismus reagierende Gruppierungen aufweisen, z.B. eine Monochlortriazinyl- oder Monofluortriazinyl-Gruppe, auf Wollartikeln verfahrensgemäß Färbungen mit ausgezeichneter Egalität und sehr hohe Echtheitseigenschaften ergeben.

Als Grundkörper des chromophoren Systems dieser organischen Farbstoffe mit reaktiven Gruppen eignen sich besonders solche aus der Reihe der Azo-, Anthrachinon- und Phthalocyaninverbindungen, wobei die Azo- und Phthalocyaninfarbstoffe sowohl metallfrei als auch metallhaltig sein können.

Reaktivfarbstoffe der zuvor definierten Art weisen häufig mehr als eine Sulfonsäuregruppe (außer in der reaktiven Gruppierung des Farbstoffes) im Molekül auf, welche beliebig über Chromophor verteilt sein können, bevorzugt aber an dessen armatischen Reste gebunden sind.

Auf der Grundlage des neuen Verfahrens ist somit dem Färber eine Möglichkeit geboten, durch Kombination von üblichen Säurefarbstoffen mit Reaktivfarbstoffen sein Farbstofflager noch besser zu nutzen, ohne daß er aus Anlaß der Unzulänglichkeiten im Trichromie-Verhalten gezwungen wäre, das bislang eingeführte Färbeverfahren aufzugeben zu müssen oder Echtheitseinbußen zu erleiden.

Als Säure zum Einstellen des pH-Wertes von 2 bis 3 wird beim Ausziehfärben nach der Erfindung zweckmäßig Schwefelsäure verwendet. Es sind dafür Mengen von 3 bis 5% an 96%iger H_2SO_4 , bezogen auf das Wollgewicht, erforderlich.

Das erfindungsgemäß Ausziehfärbeverfahren kommt in der Hauptsache auf gewöhnliche, d.h. mit einer Antifilzausrüstung nicht vorbehandelte Wolle oder solcherart aufgebaute Fasergemische zur Anwendung. Im allgemeinen wird es zum Färben von Stückware eingesetzt, wo es besonders auf gute Egalität der Färbungen ankommt. Das höhere Echtheitsniveau der erzielbaren Färbungen erlaubt aber in Sonderfällen auch den Einsatz dieser Färbetechnik für eine andere Aufmachung der Wolle.

Für die Durchführung des neuen Verfahrens stehen zwei Varianten zur Verfügung:

Bei der ersten Arbeitsweise wird die Ausziehflotte mit allen Zutaten, wie der beiden Farbstoff-Typen, Hilfsmittel und auch der benötigten Säure, bei 50°C angesetzt. Nach einer Vorlaufzeit zusammen mit dem Farbgut von ca. 10 Minuten wird das Bad nun innerhalb von 30 bis 50 Minuten auf die Färbetemperatur (95° bis 110°C) erhitzt und die Ware dann 60 bis 90 Minuten unter diesen Temperaturbedingungen gefärbt. Hierauf wird durch Zulauf von kaltem Wasser zum Färbebehälter die erzeugte Färbung abgekühlt, anschließend klar gespült und getrocknet.

Das zuvor genannte Verfahren weist gegenüber der nachfolgenden Variante gewisse Nachteile auf, so daß letzterer im allgemeinen der Vorzug gegeben werden wird. Diese Nachteile sind in erster Linie die längere Färbezeit (2 bis 2 1/2 Stunden). Darüber hinaus muß carbonisierte Wolle vor dem Färbevorgang eigens neutralisiert werden, was wiederum einen weiteren Zeitaufwand und Chemikalienmehrbedarf bedeutet.

Bei der zweiten Verfahrensvariante setzt man das Färbebad mit beiden Farbstoff-Typen sowie Hilfsmitteln, jedoch ohne die zur Farbstoff-Fixierung benötigte Schwefelsäure, bei 50°C an, treibt die Flotte — so rasch es die maschinelle Einrichtung zuläßt — auf Färbetemperatur (95° bis 110°C) und dosiert dann die Säure der unter Fixierbedingungen für die Farbstoffe befindlichen Flotte über einen längeren Zeitraum (20 bis 40 Minuten) verteilt in linearen oder progressiven Mengen zu, wobei die Zeit des Zudosierens in die Gesamtfärbezeit von 60 bis 90 Minuten eingeht. Der Art des Dosierens sind also sehr weite Grenzen gesetzt, wobei die diesbezüglichen Maßnahmen sowohl portionsweise diskontinuierlich als auch mengenmäßig kontinuierlich entsprechend einem vorgegebenen Zeitschema durchgeführt werden können. Danach wird die gefärbte Ware abgekühlt, gespült und getrocknet.

Diese zweite Verfahrensvariante hat eine deutliche Färbezeitverkürzung (nur 80 bis 120 Minuten insgesamt) zur Folge. Das Echtheitsniveau der Färbungen sowie deren Ausfall (Egalität) bleiben völlig erhalten. Besonders hervorzuheben ist, daß für die Färbebehandlung entsprechend dieser Variante auch

EP 0 226 982 B1

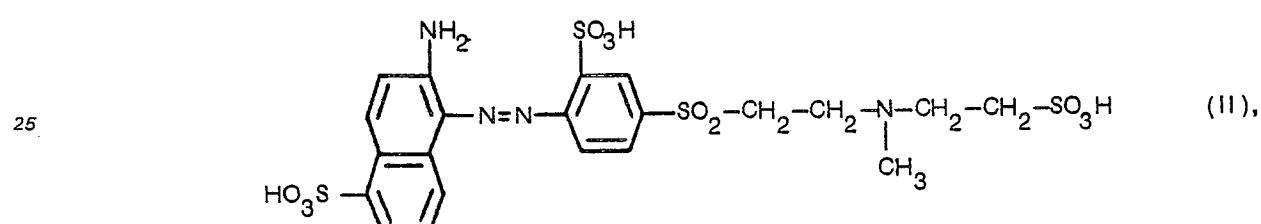
carbonisierte Wolle geeignet ist, die keiner vorgängigen Neutralisation unterzogen werden muß, so daß die Gesamtzeitsparnis in diesem speziellen Fall noch höher liegt.

Die nachfolgenden Beispiele sollen das beanspruchte Verfahren in keiner Weise einschränken, vor allem nicht in Bezug auf die verwendeten Farbstoff-Kombinationen, sondern dienen lediglich zur Illustration des Vorgehens nach der vorliegenden Erfindung. Die in diesen Ausführungsbeispielen enthaltenen Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht der so bezeichneten Gegenstände und sind im Falle von Wolle auf den trockenen Zustand des Farbgutes berechnet. Die genannten Reaktivfarbstoffe werden in handelsüblicher Form und Beschaffenheit eingesetzt.

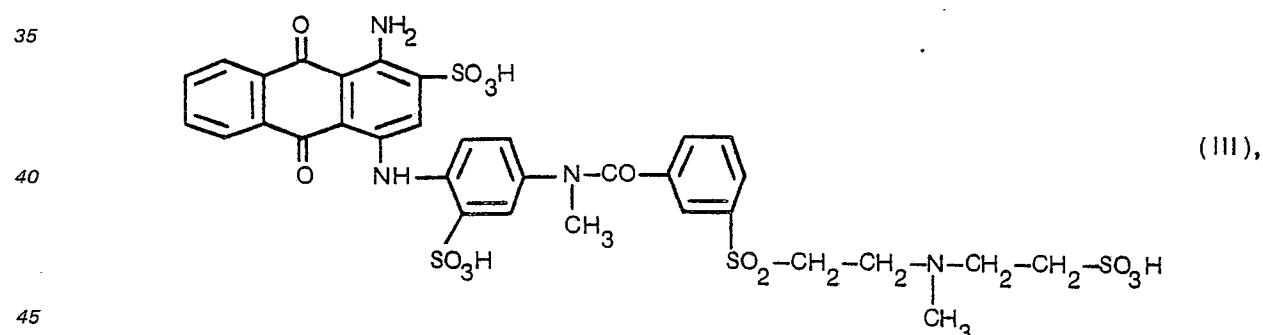
Farbstoffe, welche Umwandlungsprodukte von Sulfonyl-Reaktivfarbstoffen mit N-Methyltaurin darstellen, liegen nach vorschriftsgemäßem Lösen in der durch die jeweilige Formel wiedergegebenen Struktur vor.

Beispiel 1 (Verfahrensvariante 1)

50 kg eines mit einer Antifilzausrüstung nicht vorbehandelten Wollgewebes werden bei einem Flottenverhältnis von 1:15 mit einer wässrigen Flotte gefärbt, welche durch Eintragen der nachstehenden Zutaten in Wasser von 50°C zubereitet ist:
 15 0,17% des Farbstoffes Acid Yellow 17 mit der C.I.—Nr. 18965 (I),
 0,4% eines durch Umwandlung aus dem entsprechenden Farbstoff vom Vinylsulfon-Typ mit N-Methyltaurin erhaltenen roten Reaktivfarbstoffes der Formel II
 20



30 0,3% eines durch Umwandlung aus dem entsprechenden Farbstoff vom Vinylsulfon-Typ mit N-Methyltaurin erhaltenen blauen Reaktivfarbstoffes der Formel III



50 10% Glaubersalz,
 0,5% eines Hilfsmittelgemisches aus dem Umsetzungsprodukt von 1 Mol Stearylamin mit 12 Mol Ethylenoxid, versetzt mit Triisobutylphosphat als Entschäumer, und
 4% Schwefelsäure (96%ig).

Nach dem üblichen Vorlauf der mit dem Farbgut beschickten Flotte von ca. 10 Minuten treibt man die Badtemperatur nun innerhalb von 40 Minuten auf 98°C und färbt die Ware sodann 80 Minuten lang unter diesen Temperaturbedingungen. Danach kühlst man durch Zulauf von kaltem Wasser zum Bad die gefärbte Wolle ab und spült die letztere mittels weiterem Wasser anschließend klar.

Nach dem Trocknen erhält man eine sehr egale und echte Färbung des Wollgewebes in einem Sandton.

Vergleich 1

60 Ersetzt man in obigem Rezept den Farbstoff II (roter Reaktivfarbstoff) durch
 0,17% des Farbstoffes Acid Red 42 mit der C.I.Nr. 17070 und erhöht die Menge des Farbstoffes I auf 0,25%, so erhält man bei sonst gleicher Färbeweise eine im Farbton ähnliche, ebenfalls egale Färbung, die jedoch durch Ausbluten des roten Säurefarbstoffes, in den Naßechtheitseigenschaften (DIN 54013 und DIN 54020) um 1 bis 1 1/2 Echtheitsnoten schlechter ist als die erfindungsgemäße Färbung.

EP 0 226 982 B1

Vergleich 2

Ersetzt man in obigem Rezept den Farbstoff III (blauer Reaktivfarbstoff) durch
0,15% des Farbstoffes Acid Blue 40 mit der C.I.-Nr. 62125
und färbt sonst gleich in Weise wie dort beschrieben, dann erhält man eine egale, im Farbton ähnliche
5 Färbung, die jedoch durch Ausbluten des blauen Säurefarbstoffes in den Naßechtheitseigenschaften (DIN
54013 und DIN 54020) um 1 bis 1 1/2 Noten schlechter ist als die erfindungsgemäße Färbung.

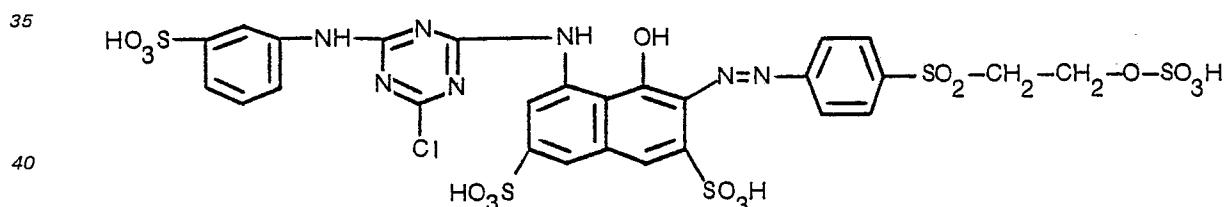
Beispiel 2 (Verfahrensvariante 2)

Zum Färben von 20 kg eines Wollgewebes, das vorher carbonisiert worden war, aber noch nicht
10 neutralisiert ist, durch Ausziehen bei einem Flottenverhältnis von 1:20 setzt man eine wäßrige Flotte von
50°C an mit:
0,2% des Farbstoffes Acid Yellow 17 mit der C.I.-Nr. 18965,
0,3% des Farbstoffes Reactive Orange 16 mit der C.I.-Nr. 17757,
15 0,2% des Farbstoffes Acid Blue 41 mit der C.I.-Nr. 62130,
10% Glaubersalz, und
0,5% des Hilfsmittelgemisches gemäß Beispiel 1.

Nach dem Einbringen der Ware in dieses Färbebad heizt man letzteres nun so rasch als möglich —
moderne Apparaturen erlauben eine Aufheizzeit von 10 Minuten — auf Kochtemperatur und beginnt
unmittelbar nach Erreichen derselben der unter Fixierbedingungen befindlichen Flotte über eine
20 Dosiervorrichtung vom Typ ADC 100 der Firma ADCON AB, Boras/Schweden
4% Schwefelsäure (96%ig),
mittels Wasser verdünnt, kontinuierlich sowie bei Einhaltung einer pro Zeiteinheit mengenmäßig 40%igen
Progression während eines Zeitraumes von 30 Minuten zuzudosieren. Im Verlauf des Dosievorganges und
danach weitere 30 Minuten wird das Ausziehbad am Kochen gehalten. Danach kühlte man Flotte samt Ware
25 ab, spült letztere mit Wasser und stellt die gefärbte Wolle wie üblich fertig.
Man erhält eine sehr egale Sandfärbung der Wolle mit guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 3

20 kg eines gewöhnlichen Wollkreppgewebes sind auf dem Baumfärbeapparat durch Ausziehen bei
30 einem Flottenverhältnis von 1:10 zu färben:
Dazu werden in einem wäßrigen Bad von 50°C
1% des Farbstoffes Acid Brown 248 mit der C.I.-Nr. 10402,
1% des Reaktivfarbstoffes der Formel



35 0,8% des Farbstoffes Acid Blue 41 mit der C.I.-Nr. 62130,
40 10% Glaubersalz, und
45 0,5 des Hilfsmittelgemisches gemäß Beispiel 1
in Lösung gebracht. Man heizt dann diese Flotte zusammen mit der eingebrachten Ware im Verlauf von 10 Minuten auf 100°C auf und dosiert sofort nach Erreichen dieser Temperatur
50 5% Schwefelsäure (96%ig)
zu. Der Dosierungsvorgang wird hierbei manuell so vorgenommen, daß die Säure in 20 l kaltes Wasser eingegossen wird und vom Gesamtvolumen dieser verdünnten Säure alle 5 Minuten portionsweise lineare Mengen von jeweils 4 l (beim letzten Mal der gesamte Rest) dem Färbebad zugesetzt werden. Nach Beendigung des Säurezusatzes wird die Wolle noch 40 Minuten bei 100°C weitergefärbt, das Farbgut sodann abgekühlt, mit Wasser gespült und fertiggestellt.
55 Man erhält eine egale, echte Braufärbung.

Patentansprüche

1. Verfahren zum egalen Färben von Wolle oder des Wollanteils von Fasermischungen nach der Ausziehfärbetechnik, wobei wäßrige Flotten von unter stark sauren Bedingungen ziehenden Farbstoffen bei pH-Werten zwischen 2 und 3 auf dem Farbgut unter Erhitzen zur Einwirkung gebracht werden, dadurch gekennzeichnet, daß man in Trichromie-Rezepten stark sauer ziehende Säurefarbstoffe und Reaktionsfarbstoffe miteinander kombiniert, wobei in den Echtheitseigenschaften nicht genügende Säurefarbstoffe durch Reaktionsfarbstoffe mit gleicher oder ähnlicher Nuance ersetzt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Wolle im Rahmen der Farbstoff-

EP 0 226 982 B1

Kombinationen mit solchen Reaktivfarbstoffen färbt, die in ihrem Molekül mindestens eine Gruppierung aufweisen, welche bei Fixierbedingungen mit der Faser über die Vinylsulfon-Form unter nucleophiler Addition in Reaktion tritt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Wolle im Rahmen der
- 5 Farbstoff-Kombinationen mit solchen Reaktivfarbstoffen färbt, die außer einer Reaktivgruppe vom Vinylsulfon-Typ noch mindestens eine Monochlortriazinyl- oder Monofluorotriazinyl-Gruppe aufweisen.
- 10 4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die solche Farbstoff-Kombinationen und gegebenenfalls alle sonstigen Zutaten, aber keine zur Fixierung der Farbstoffe erforderliche Säure oder säureabgebende Mittel enthaltende Ausziehflotte zusammen mit dem Farbgut so rasch wie möglich sowie in einem Zuge auf die Färbtemperatur im Bereich von 95° bis 110°C erhitzt, daß man nach Erreichen derselben bei Aufrechterhaltung von entsprechenden isothermen Bedingungen für die Farbstoff-Fixierung dem aufgeheizten Färbebad dann Schwefelsäure — über einen längeren Zeitraum hinweg verteilt — zusetzt und die Wolle im angegebenen stark sauren pH-Bereich färbt.
- 15 5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man Wolle, die nicht mit einer Antifilzaurusrüstung vorbehandelt ist, färbt.
6. Verfahren nach Anspruch 1 und Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß man carbonisierte Wolle färbt, die keiner vorgängigen Neutralisation unterworfen worden ist.

Revendications

1. Procédé pour la teinture unie de la laine ou de la partie laine de mélanges de fibres par la technique de la teinture par épuisement, procédé dans lequel des bains aqueux de colorants qui montent dans des conditions fortement acides sont mises à agir sur l'article à teindre, avec chauffage, à des pH de 2 à 3, caractérisé en ce qu'on combine, dans des formulations en trichromie, des colorants acides montant dans un milieu acide fort et des colorants réactifs, les colorants acides conduisant à des propriétés de solidité insuffisantes étant remplacés par des colorants réactifs, ayant une nuance identique ou analogue.
- 25 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on teint la laine dans le cadre des combinaisons de colorants avec des colorants réactifs qui comportent dans leur molécule au moins un groupement qui, dans les conditions de fixage, entrent en réaction avec la fibre par l'intermédiaire de la forme vinylsulfonique, avec addition nucléophile.
- 30 3. Procédé selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on teint la laine dans le cadre des combinaisons de colorants avec des colorants réactifs qui, outre un groupe réactif du type vinylsulfonique, comportent encore au moins un groupe monochlorotriazinyle ou monofluorotriazinyle.
- 35 4. Procédé selon l'une ou plusieurs des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on chauffe aussi rapidement que possible, et en une fois, à une température de teinture comprise entre 95 et 100°C, les combinaisons de colorants et le bain d'épuisement, contenant éventuellement tous les autres additifs, mais pas d'acide nécessaire au fixage des colorants ou de produits cédant des acides, et ce en même temps que l'article à teindre; que, dès que cette température est atteinte, on ajoute au bain de teinture chauffé, en respectant les conditions isothermiques correspondant au fixage du colorant, de l'acide sulfurique —
- 40 l'addition étant répartie sur une longue période —; et qui l'on teint la laine sur l'intervalle de pH fortement acide indiqué.
- 45 5. Procédé selon l'une ou plusieurs des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on teint une laine qui n'a pas subi de traitement préalable par un apprêt anti-feutrage.
6. Procédé selon la revendication 1 et la revendication 4, caractérisé en ce qu'on teint de la laine carbonisée, qui n'a subi aucune neturalisation préalable.

Claims

- 50 1. A process for the level dyeing of wool or of the wool portion of fiber blends by the exhaust dyeing technique by applying an aqueous liquor of dyes which exhaust under strongly acidic conditions to the fiber material at a pH between 2 and 3 with heating, which comprises combining acid dyes which exhaust under strongly acidic conditions and reactive dyes with one another to form trichromatic recipes by replacing acid dyes of inadequate fastness by reactive dyes of the same or similar shade.
- 55 2. The process as claimed in claim 1, wherein the wool is dyed using dye combinations with reactive dyes which contain in their molecule at least one grouping which, under fixing conditions, reacts with the fiber via the vinylsulfonyl form by nucleophilic addition.
3. The process as claimed in claim 1 and 2, wherein the wool is dyed using dye combinations with reactive dyes which, in addition to a reactive group of the vinylsulfonyl type, have at least one monochlorotriazinyl or monofluorotriazinyl group.
- 60 4. The process as claimed in one or more of claims 1 to 3, wherein the exhaust liquor which contains such dye combinations and possibly all the other ingredients, but no acid or acid-donating agent required for fixing the dyes, is heated up together with the material to be dyed to the dyeing temperature within the range from 95° to 110°C as rapidly as possible and in one step, then, on reaching said dyeing temperature and while maintaining appropriate isothermal conditions for dye fixation, the hot dyebath has added to it

EP 0 226 982 B1

sulfuric acid in portions over a prolonged period, and the wool is dyed in the indicated strongly acid pH range.

5. The process as claimed in one or more of claims 1 to 4, wherein wool which has not been pretreated with an antifelting finish is dyed.

5. The process as claimed in claim 1 and claim 4, wherein carbonized wool which has not been subjected to prior neutralization is dyed.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65