



**Europäisches Patentamt**  
**European Patent Office**  
**Office européen des brevets**

⑪ Veröffentlichungsnummer: **0 141 078**  
**B1**

⑫

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:  
**29.06.88**

②① Anmeldenummer: **84109394.1**

②② Anmeldetag: **08.08.84**

⑤① Int. Cl. 4: **D 06 P 1/66, D 06 P 1/607,**  
**C 07 C 93/18, C 07 C 103/44,**  
**C 07 C 101/18, C 07 C 125/073 //**  
**D06P3/60**

⑤④ **Verfahren zum Färben von Cellulosefasern.**

③① Priorität: **16.08.83 DE 3329445**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**15.05.85 Patentblatt 85/20**

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**29.06.88 Patentblatt 88/26**

⑥④ Benannte Vertragsstaaten:  
**CH DE FR GB LI**

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
**DE-A-1 924 765**  
**DE-A-2 421 577**  
**DE-A-2 805 239**  
**GB-A-466 772**  
**GB-A-474 671**  
**GB-A-2 000 164**

⑦③ Patentinhaber: **BAYER AG, Konzernverwaltung RP**  
**Patentabteilung, D-5090 Leverkusen 1 Bayerwerk**  
**(DE)**

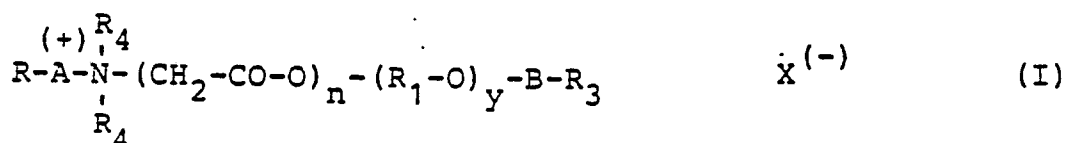
⑦② Erfinder: **Hoffmann, Fredgar, Dr.,**  
**Brandsackerstrasse 13, D-4018 Langenfeld (DE)**  
Erfinder: **Walz, Klaus, Dr., Domblick 4, D-5090**  
**Leverkusen 3 (DE)**  
Erfinder: **Haene, Marga, Domstrasse 97, D-5000**  
**Köln 1 (DE)**  
Erfinder: **Hoffarth, Gunther, Dr., Humboldtstrasse**  
**25, D-5090 Leverkusen 3 (DE)**  
Erfinder: **Schulze, Hans, Dr., Wolfskaul 4, D-5000**  
**Köln 80 (DE)**

**EP 0 141 078 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 eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum diskontinuierlichen Färben von Cellulosefasern in Gegenwart eines Egalisierungsmittels der Formel



in der

A für einen Rest  $-\text{CO}-\text{O}-\text{R}_1-$ ,  $-(\text{OR}_1)_x-\text{OCO}-\text{CH}_2-$ ,  $-\text{CO}-\text{NH}-\text{R}_2-$ ,  $-\text{NH}-\text{CO}-\text{O}-\text{R}_1-$ ,  $-(\text{OR}_1)_x-\text{OCH}_2\text{CO}-\text{OR}_1-$  oder  $-(\text{OR}_1)_x-$  oder für eine Einfachbindung,

B für einen Rest  $-\text{CO}-\text{NH}-$ ,  $-\text{CO}-$  oder  $-\text{R}_2-\text{NH}-\text{CO}-$  oder für eine Einfachbindung,

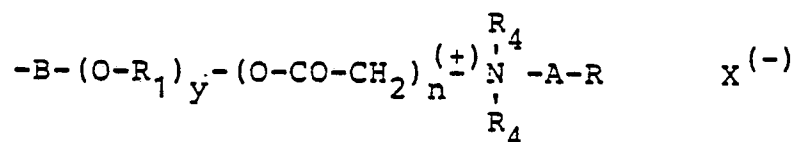
R für einen Alkyl- oder Alkenylrest mit je 8-22 C-Atomen oder einen Cycloalkyl-, Aryl- oder Aralkylrest mit je 10-22 C-Atomen,

$\text{R}_1$  und  $\text{R}_2$  für  $\text{C}_2$ - oder  $\text{C}_3$ -Alkylen,

$\text{R}_3$  für  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{20}$ -Alkyl, das durch  $-\text{O}-$ ,  $-\text{NH}-$ ,  $-\text{N}(\text{R}_4)-$ ,  $-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-$  oder Phenylen unterbrochen sein kann, für  $\text{C}_2$ - $\text{C}_{20}$ -Alkenyl, Cycloalkyl, Aryl oder Aralkyl mit je 6-22 C-Atomen und

$\text{R}_4$  für Wasserstoff oder  $\text{C}_1$ - $\text{C}_4$ -Alkyl stehen,

wobei die genannten Substituenten ihrerseits durch Hydroxy oder Halogen, die cyclischen Substituenten außerdem durch  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{12}$ -Alkyl und der Rest  $\text{R}_3$  außerdem durch einen Rest der Formel



substituiert sein können,

x und y für Null oder eine ganze Zahl von 1-40 stehen, wobei die Summe  $x + y$  10-40 betragen soll,

n für 0 oder 1 und

$\text{X}^{(-)}$  für ein Anion stehen,

mit der Maßgabe, daß mindestens eine Estergruppe enthalten ist und mindestens 80 Gew.-% der Alkylenoxyeinheiten aus Ethylenoxyeinheiten besteht.

Unter einem hydrophoben Kohlenwasserstoffrest wird vorzugsweise ein gegebenenfalls ungesättigter aliphatischer Rest mit über 8 Kohlenstoffatomen oder ein cycloaliphatischer oder aromatischer Rest mit über 10 Kohlenstoffatomen verstanden.

Cycloalkyl steht insbesondere für Cyclopentyl, Cyclohexyl, Tetra- und Decahydronaphthyl und ihre durch  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{12}$ -Alkyl substituierten Derivate oder den Abietylrest.

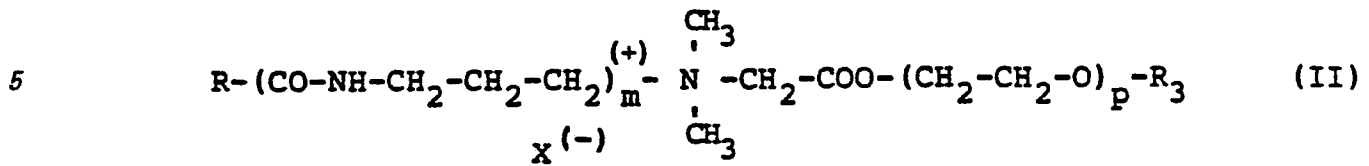
Geeignete Arylreste sind beispielsweise der Phenyl- und der Naphthylrest und ihre durch  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{12}$ -Alkyl, Cyclohexyl oder Phenyl- $\text{C}_1$ - $\text{C}_3$ -Alkyl substituierten Derivate.

Aralkyl steht vorzugsweise für durch  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{12}$ -Alkyl substituiertes Benzyl oder Phenylethyl.

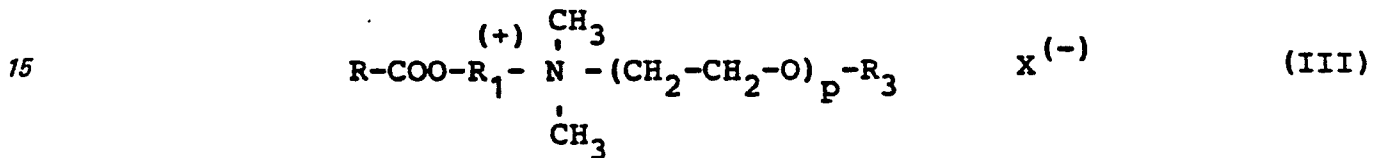
Als Reste R in der Formel (I) seien beispielsweise die 20 folgenden genannt: der Octyl-, Decyl-, Undecyl-, Dodecyl-, Tetradecyl-, Pentadecyl-, Hexadecyl-, Heptadecyl-, Octadecyl-, Eikosyl-, Behenyl-, Undecenyl-, Dodecenyl, Heptadecenyl-, Octadecenyl-, Tetrahydronaphthyl-, Decahydronaphthyl-, Abietyl-, Cyclohexylphenyl-, p-tert.-Butylphenyl-, Octylphenyl-, Nonylphenyl-, Dodecylphenyl-, Phenylethylphenyl- oder Phenylpropylphenylrest.

Als geeignete Anionen  $\text{X}^{(-)}$  kommen übliche anorganische oder organische Anionen in Frage, beispielsweise Chlorid, Bromid, Jodid, Methosulfat, Ethosulfat, Sulfat, Phosphat, Phosphit, Methansulfonat, Acetat oder Toluolsulfonat.

Bevorzugte Verbindungen der Formel (I) sind solche der Formeln



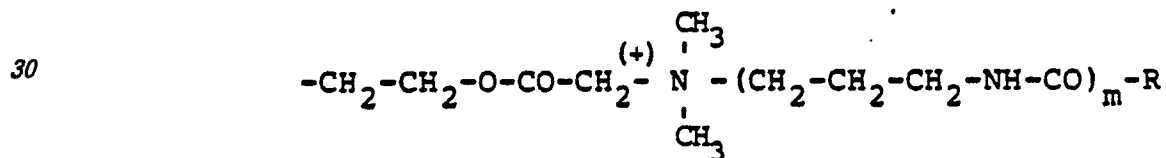
10 und



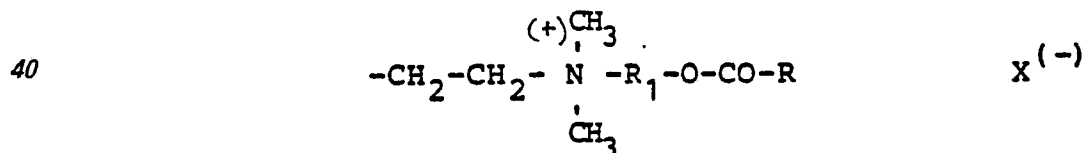
20 in denen

R, R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> und X (-) die in Formel (I) angegebene Bedeutung haben, und  
m für 0 oder 1 und  
p für 10-40 stehen.

25 Besonders bevorzugt sind solche Verbindungen der Formeln (II) und (III), in denen R für einen C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>-Alkyl-  
oder -Alkenylrest und  
R<sub>3</sub> in Formel (II) für den Rest



35 bzw.  
in Formel (III) für den Rest



45 und p für 10 - 30 stehen.

Die Verbindungen (I) werden nach bekannten Verfahren hergestellt.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann Cellulose insbesondere mit Direktfarbstoffen, die z.B. beschrieben werden in "Colour Index" 3. Auflage (1971), Bd. 2, S. 2007-2477, und mit Reaktivfarbstoffen, die z. B. beschrieben werden in "The Chemistry of Synthetic Dyes" (K. Venkataraman), Vol. VI (1972) gefärbt werden.

50 Besonders vorteilhaft ist der Einsatz der genannten Egalisiermittel beim Färben mit Direktfarbstoffen und insbesondere, wenn Salz vor der Farbstoffzugabe zugesetzt wird ("all-in"-Verfahren). Unter Salz ist hierbei der Elektrolyt zu verstehen, dessen Zusatz üblich ist, um eine hohe Farbstoffausbeute zu erreichen, vorzugsweise Natriumsulfat oder Natriumchlorid.

55 Direktfarbstoffe ziehen bei Auszieh-Färbeverfahren selbst bei niedriger Temperatur sehr schnell auf. Dadurch entstehen Unegalitäten, die im Laufe des Färbens wieder ausgeglichen werden müssen. Salz beschleunigt das Aufziehen noch, ist aber nötig, um die gewünschte Ausbeute zu erreichen. Um zu große anfängliche Unegalitäten zu vermeiden, wird daher im allgemeinen das Salz erst nach Erreichen der Endtemperatur zugesetzt, und zwar meist portionsweise. Dies ist eine aufwendige Arbeitsweise.

60 Nur unter sehr günstigen Bedingungen (gut migrierende Farbstoffe, hohe Flottenumwälzrate oder Warenumlaufgeschwindigkeit) kann Salz auch zu Beginn zugesetzt werden ("all-in"-Verfahren). Bei dieser einfacheren Arbeitsweise muß die zunächst entstehende Unegalität durch Migration ausgeglichen werden, was längere Färbezeiten oder mehr Egalisierhilfsmittel (und dadurch eine niedrigere Farbstoff-Ausbeute) bedingt als bei Salznachsatz.

65 Mit den üblichen Egalisierhilfsmitteln läßt sich das Aufziehen der Farbstoffe nicht in dem gewünschten Maß bremsen: Entweder ist die bremsende Wirkung des Egalisierhilfsmittels zu gering oder die Ausbeute wird zu

stark beeinträchtigt. Zudem ist die Wirkung sehr vom Farbstofftyp abhängig.

Es wurde gefunden, daß ein "all-in-Verfahren" für Direktfarbstoffe ohne zusätzliche Migrierzeit und ohne Beeinträchtigung der Farbstoffausbeute in Gegenwart der Egalisiermittel (I) möglich ist. Die Egalisiermittel bremsen das Aufziehen der Farbstoffe in der Anfangsphase des Färbens bei niedriger Temperatur, insbesondere unterhalb 50°C. Dadurch werden unzulässige Unegalitäten vermieden. Beim Aufheizen läßt die Wirkung der Hilfsmittel nach, und das Aufziehen der Farbstoffe kann über die Temperaturführung gesteuert werden. Bei der üblichen Endtemperatur - insbesondere oberhalb 80°C, vorzugsweise 90 - 100°C halten die erfindungsgemäß zu verwendenden Hilfsmittel in den meisten Fällen kaum Farbstoff zurück. Falls in Sonderfällen, z. B. bei hoher Hilfsmittelmenge oder Farbstoffen mit starker Wechselwirkung mit dem Hilfsmittel, erforderlich, kann die rückhaltende Wirkung des Hilfsmittels durch Färben bei alkalischem pH-Wert (über pH 8) gegenüber schwach saurer oder neutraler Färbeweise weiter gesenkt werden.

Bei dem bevorzugten "all-in"-Verfahren ist die Reihenfolge der Zusätze entweder (a) Salz, Egalisiermittel, Farbstoffe oder (b) Salz, Egalisiermittel + Farbstoffe oder (c) Salz + Egalisiermittel, Farbstoffe.

Die Egalisiermittelmenge liegt in der Regel zwischen 0,1 und 2 %, bezogen auf das Gewicht des zu färbenden Textils. Die zulässige anfängliche Baderschöpfungsgeschwindigkeit, nach der die Egalisiermittelmenge festgelegt wird, hängt von den Ansprüchen an die Egalität, der Ware der Färbearlage, der Farbtiefe und Nuance und den Farbstoffen (Aufziehverhalten, Kombinierbarkeit, Migriervermögen) ab. Sie liegt im allgemeinen zwischen 20 und 60 % Baderschöpfung in den ersten 10 Minuten; vorzugsweise zwischen 20 und 40 % / 10 min.

Die Vorteile des Verfahrens sind; einfaches "all-in"-Verfahren für alle Direktfarbstoffe und ohne zusätzliche Migrierzeit, hohes Egalitätsniveau durch kontrolliertes Anfärben bei kurzer Färbezeit, hohe Ausbeute und Reproduzierbarkeit, geringe Abwasserbelastung.

Weiterhin sind die Egalisiermittel (I), bevorzugt geeignet für das Färben mit Reaktivfarbstoffen; insbesondere, wenn Egalisiermittel, Salz oder Salz und Alkali vor den Farbstoffen zugesetzt werden.

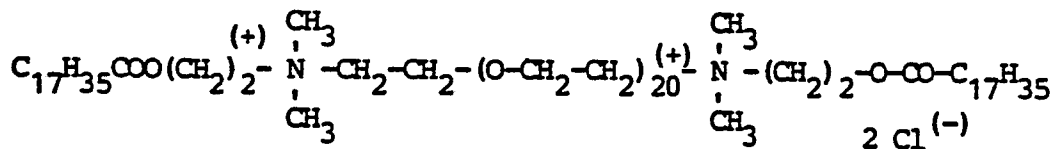
Bei den bisher üblichen Verfahren werden Salz und Alkali meist nach den Reaktivfarbstoffen zugesetzt, und zwar portionsweise, um ein zu rasches Aufziehen bzw. Fixieren der Farbstoffe und dadurch entstehende Unegalitäten zu vermeiden. Nur unter besonders günstigen Färbebedingungen (gut egalisierende Farbstoffe, hohe Flottenströmung oder Laufgeschwindigkeit der Ware, Temperatur-/ pH-Steuerung) können bisher Salz oder Salz und Alkali der Färbeflotte zu Beginn zugegeben werden, ohne unegal zu färben.

Demgegenüber kann in Gegenwart der Egalisiermittel (I) unter den üblichen Praxisbedingungen nach einem "all-in"-Verfahren gefärbt werden. Hierbei werden zunächst Salz und Alkali der Färbeflotte zugegeben, sodann das Egalisiermittel, entweder vor oder gemeinsam mit dem Reaktivfarbstoff. Egalisiermittelmenge und Verfahrensführung (Temperatur und/oder pH-Wert) werden nach den gleichen Kriterien gewählt, wie oben für Direktfarbstoffe beschrieben.

**Beispiel 1**

1. 3 kg gebleichter und vorgewaschener Baumwoll-Wirkware werden als Strang in einer Haspelkufe ohne Flottenumwälzung in 60 l Färbeflotte bei 2 Warenumläufen/min wie folgt gefärbt:

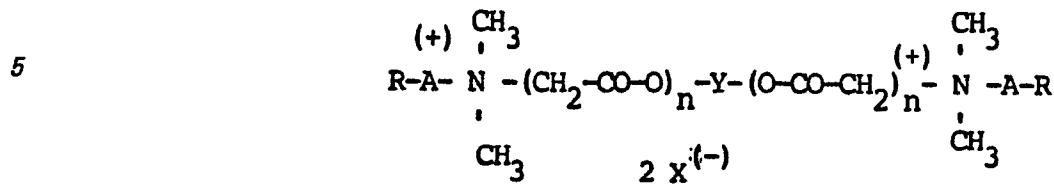
Bei einer Starttemperatur von 40°C werden 240 g NaCl dem Färbebad zugesetzt. Nach 10 min wird eine konzentrierte Färbeflotte, bestehend aus 1,2 g Direct Yellow 50 (C.I. 29 025), 1,2 g Direct Violet 47 (C.I. 25 410) und 0,85 g Direct Blue 71 (C.I. 34 140) sowie 8,5 g des Hilfsmittels der Formel






in ca 1 l Wasser gelöst, zugegeben. Nach 5 min bei 40°C wird mit 2°C/min auf 90°C aufgeheizt, 30 min bei 90°C gefärbt, mit 2°C/min auf 70°C abgekühlt, 3 x gespült und 20 min bei 30°C mit 30 g eines kationischen Nachbehandlungsmittels (Kondensationsprodukt eines Amins mit Formaldehyd) behandelt. Es resultiert eine egale Färbung.

Verwendet man in Beispiel 1 eines der in den Tabellen 1 und 2 aufgeführten Egalisiermittel, so erhält man ebenfalls egale Färbungen.

Tabelle 1 Egalisierungsmittel der Formel



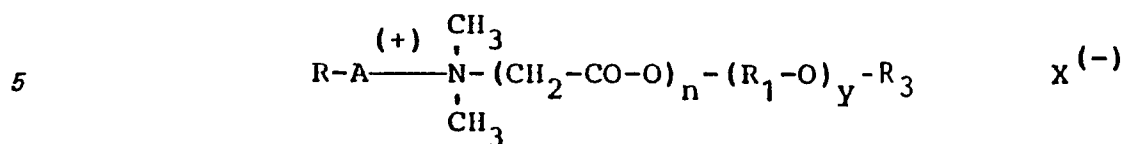
10


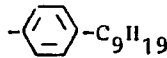

	R	A	n	Y	X	
1	C <sub>17</sub> H <sub>35</sub> <sup>-</sup>	-COOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>19</sub> <sup>-</sup>	Cl	
15	2	C <sub>17</sub> H <sub>35</sub> <sup>-</sup>	-CO-NH-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>19</sub> <sup>-</sup>	Cl
20	3	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> <sup>-</sup>	-	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>22</sub> <sup>-</sup>	Cl
	4	C <sub>14</sub> H <sub>29</sub> <sup>-</sup>	-(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> <sup>-</sup>	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> <sup>-</sup>	Cl
25	5	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> <sup>-</sup>	-(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>18</sub> COOCH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -N(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl
	6	C <sub>9</sub> H <sub>19</sub> - 	-(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> COOCH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0	(-CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> <sup>-</sup>	Cl
30	7	C <sub>15</sub> H <sub>31</sub> <sup>-</sup>	-COOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0	-(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> O) <sub>10</sub> -  -(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> <sup>-</sup>	Cl
35	8	C <sub>17</sub> H <sub>33</sub> <sup>-</sup>	-COOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0	-(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> O) <sub>10</sub> -CH(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> <sup>-</sup>	Cl
	9	Abietyl-	-	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>25</sub> <sup>-</sup>	Cl
40	10	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> <sup>-</sup>	-NH-COOCH(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>30</sub> <sup>-</sup>	CH <sub>3</sub> -P O
45	11	C <sub>20</sub> H <sub>41</sub> <sup>-</sup>	-(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>30</sub> COOCH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -O-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> <sup>-</sup>	Cl
	12	C <sub>16</sub> H <sub>33</sub> <sup>-</sup>	-(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> COOCH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -NH-CO(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -CONH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Cl
50	13	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub> - 	-(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>15</sub> <sup>-</sup>	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl
	14	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub> <sup>-</sup>	-	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>14</sub> <sup>-</sup>	Cl
55	15	C <sub>17</sub> H <sub>35</sub> <sup>-</sup>	-COOCH(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>21</sub> <sup>-</sup>	Cl
	16	C <sub>21</sub> H <sub>43</sub> <sup>-</sup>	-CONH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> (OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>29</sub> <sup>-</sup>	Cl

60

65

Tabelle 2 Egalisiermittel der Formel



10	R	A	n	(R <sub>1</sub> -O) <sub>y</sub>	R <sub>3</sub>	X	
17	C <sub>17</sub> H <sub>35</sub>	COOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	0	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -O) <sub>10</sub>	CH <sub>3</sub>	Cl	
15	18	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	-	1	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -O) <sub>15</sub>	CH <sub>3</sub>	Cl
19	C <sub>18</sub> H <sub>35</sub>	-	1	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -O) <sub>16</sub>	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	Cl	
20	20	C <sub>15</sub> H <sub>31</sub>	CO-NH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>	1	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -O) <sub>11</sub>	CH <sub>3</sub>	Cl
21	Abietyl	-	1	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -O) <sub>20</sub>		Cl	
25	22	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>20</sub> -OCOCH <sub>2</sub>	0	-	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	Cl
23	C <sub>11</sub> H <sub>23</sub>	COO-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	0	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -O) <sub>18</sub>	 -C <sub>9</sub> H <sub>19</sub>	Br	
30	24	C <sub>17</sub> H <sub>35</sub>	CO-NH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>	1	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -O) <sub>15</sub>		Cl

35 Vergleichsfärbung:

Wie in Beispiel 1, jedoch ohne Hilfsmittel und 60 min bei 90°C gefärbt. Man erhält eine unegale (steifige) Färbung.

40

**Beispiel 2**

45 Eine 600 g-Kreuzspule aus gebleichter Baumwolle wird in einem Labor-Kreuzspulapparat gefärbt. Hierbei werden 12 l Flotte mit 60 g NaCl auf 50°C erwärmt, in das Färbegefäß gepumpt und im weiteren von innen nach außen mit 2 Umwälzungen / min durch die Kreuzspule gepumpt. Nach 5minütiger Zirkulation werden 1,2 g des Hilfsmittels aus der Tabelle Beispiel 3 und nach weiteren 5 min 0,4 g Direct Orange 39 (C.I. 40 215), 0,95 g Direct Red 76 (C.I. 40 270) und 0,54 g Direct Blue 71 (C.I. 34 140) in ca. 150 ml Wasser gelöst, zugesetzt. Nach weiteren 10 min Verweilzeit bei 50°C wird mit 2°C/min auf 90°C geheizt, 60 min bei 90°C gefärbt, in 10 min auf 70°C gekühlt, 3 x je 10 min gespült und 20 min mit 18 g eines kationischen Nachbehandlungsmittels behandelt. Man erhält eine egale Färbung.

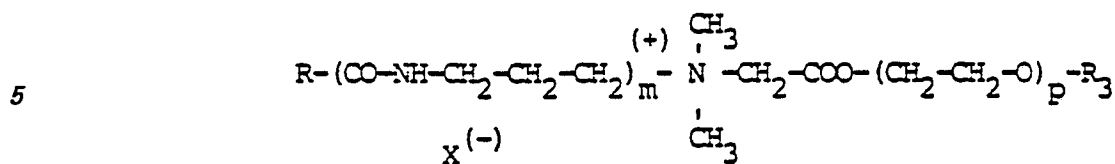
55 **Beispiel 3**

Eine 600 g Kreuzspule aus gebleichtem Baumwollgarn wird in einem Labor-Kreuzspulapparat wie folgt gefärbt: 11 l einer 25°C warmen Flotte, die 550 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 22 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> und 3 g des Egalisiermittels

60

65

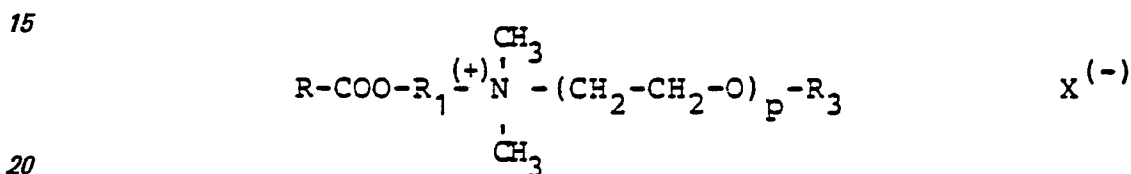




verwendet, in der

10 R, R<sub>3</sub> und X<sup>(-)</sup> die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben,  
m für 0 oder 1 und  
p für 10-40 stehen.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Egalisiermittel der Formel



verwendet, in der

R, R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> und X<sup>(-)</sup> die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben, und  
p für 10-40 steht.

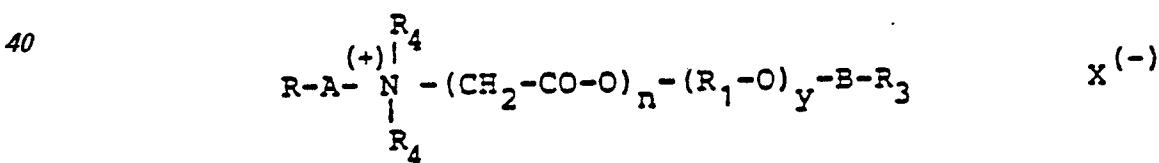
25 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Färbebad vor der Farbstoffzugabe Salz zusetzt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Egalisiermittel in einer Menge von 0,1-2 Gew.-% bezogen auf die Cellulosefaser verwendet.

30 6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß man mit Direktfarbstoffen färbt und die Menge des Egalisiermittels so wählt, daß die Baderschöpfung in den ersten 10 Minuten zwischen 20 und 60 % liegt.

### Claims

35 1. Process of batch dyeing cellulose fibres in the presence of a levelling agent, characterized in that a levelling agent of the formula



is used in which

A represents a -CO-O-R<sub>1</sub>-, -(OR<sub>1</sub>)<sub>x</sub>-OCO-CH<sub>2</sub>-, -CO-NH-R<sub>2</sub>-, -NH-CO-O-R<sub>1</sub>-, -(OR<sub>1</sub>)<sub>x</sub>-OCH<sub>2</sub>CO-OR<sub>1</sub>- or -(OR<sub>1</sub>)<sub>x</sub>- radical or a single bond,

B represents a -CO-NH-, -CO- or -R<sub>2</sub>-NH-CO- radical or a single bond,

50 R represents an alkyl or alkenyl radical in each case having 8-22 carbon atoms, or a cycloalkyl, aryl or aralkyl radical in each case having 10-22 carbon atoms,

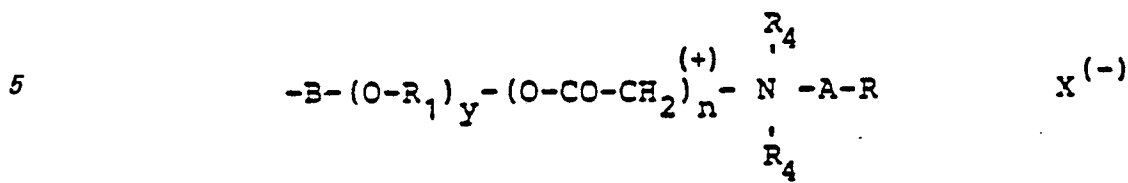
R<sub>1</sub> and R<sub>2</sub> represent C<sub>2</sub>- or C<sub>3</sub>-alkylene,

R<sub>3</sub> represents C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>alkyl which may be interrupted by -O-, -NH-, -N(R<sub>4</sub>)-, -NH-CO-NH- or phenyl, or represents C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-alkyl, or cycloalkyl, aryl or aralkyl in each case having 6-22 carbon atoms and

55 R<sub>4</sub> represents hydrogen or C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkyl, it being possible for the substituents mentioned to be substituted themselves by hydroxyl or halogen, and for the cyclic substituents, in addition, to be substituted by C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-alkyl, and for the R<sub>3</sub> radical, in addition, to be substituted by a radical of the formula

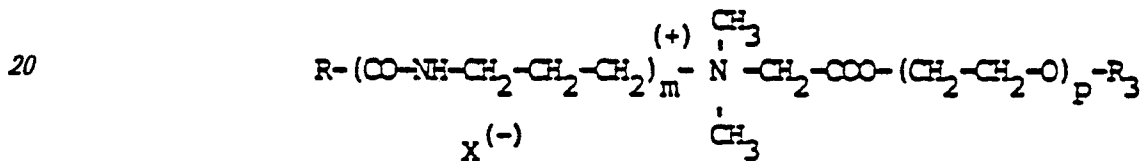
60

65



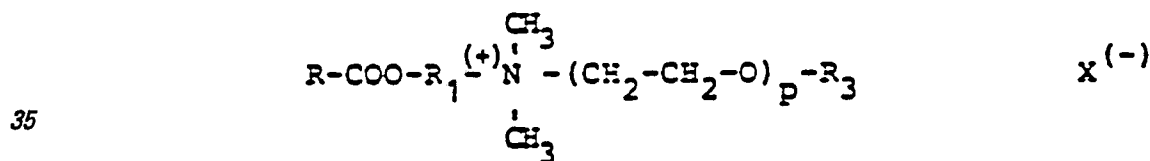
10 x and y represent zero or an integer from 1-40, with the sum x + y to be 10-40,  
 n represents 0 or 1, and  
 x<sup>(-)</sup> represents an anion,  
 with the proviso that at least one ester group is present and at least 80 % by weight of the alkylene oxide  
 15 units comprise ethylene oxide units.

2. Process according to Claim 1, characterized in that the levelling agent used is one of the formula



25 in which  
 R, R<sub>3</sub> and X<sup>(-)</sup> have the meaning given in Claim 1,  
 m represents 0 or 1, and  
 p represents 10-40.

3. Process according to Claim 1, characterized in that the levelling agent used is one of the formula



35 in which  
 R, R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> and X<sup>(-)</sup> have the meaning given in Claim 1, and  
 p represents 10-40.

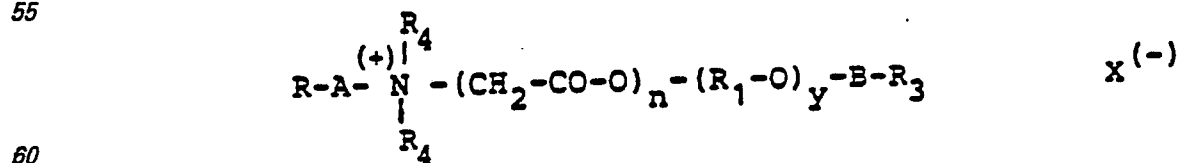
4. Process according to Claim 1, characterized in that salt is added to the dyeing bath before addition of the dye.

5. Process according to Claim 1, characterized in that the levelling agent is used in an amount of 0.1-2 % by weight, relative to the cellulose fibres.

45 6. Process according to Claim 5, characterized in that the dyeing is carried out using direct dyes, and the amount of levelling agent is selected so that the bath exhaustion in the first 10 minutes is between 20 and 60 %.

50 **Revendications**

1. Procédé de teinture discontinue de fibres cellulosiques en présence d'un agent d'égalisation, caractérisé en ce qu'on utilise un agent d'égalisation de formule



dans laquelle

A représente un reste -CO-O-R<sub>1</sub>-, -(OR<sub>1</sub>)<sub>x</sub>-OCO-CH<sub>2</sub>-, -CO-NH-R<sub>2</sub>-, -NH-CO-O-R<sub>1</sub>-, -(OR<sub>1</sub>)<sub>x</sub>-OCH<sub>2</sub>CO-OR<sub>1</sub>- ou -(OR<sub>1</sub>)<sub>x</sub>- ou une liaison simple,

65 B est un reste -CO-NH-, -CO- ou -R<sub>2</sub>-NH-CO- ou une liaison simple,

0 141 078

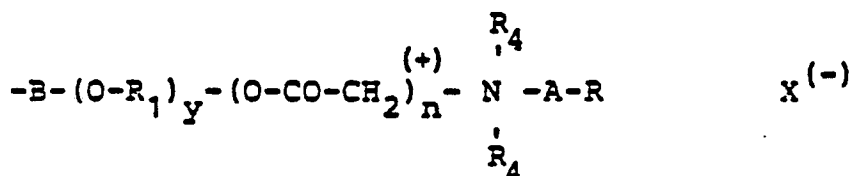
R est un reste alkyle ou alcényle ayant chacun 8 à 22 atomes de carbone ou un reste cycloalkyle, aryle ou aralkyle ayant chacun 10 à 22 atomes de carbone,

R<sub>1</sub> et R<sub>2</sub> représentent un reste alkylène en C<sub>2</sub> ou C<sub>3</sub>,

R<sub>3</sub> est un groupe alkyle en C<sub>1</sub> à C<sub>20</sub> qui peut être interrompu par un radical -O-, -NH-, -N(R<sub>4</sub>)-, -NH-CO-NH- ou phényle, un groupe alkyle en C<sub>2</sub> à C<sub>20</sub>, cycloalkyle, aryle ou aralkyle, chacun ayant 6 à 22 atomes de carbone et

R<sub>4</sub> est l'hydrogène ou un groupe alkyle en C<sub>1</sub> à C<sub>4</sub>,

les substituants mentionnés pouvant être substitués, quant à eux, par un radical hydroxy ou halogéno, les substituants cycliques pouvant en outre être substitués par un radical alkyle en C<sub>1</sub> à C<sub>12</sub> et le reste R<sub>3</sub> pouvant en outre être substitué par un reste de formule



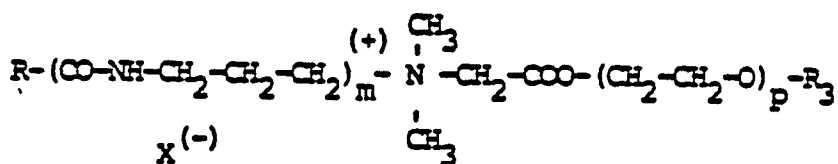
x et y sont égaux à zéro ou à un nombre entier de 1 à 40, la somme x + y devant s'élever à 10-40,

n a la valeur 0 ou 1 et

X<sup>(-)</sup> représente un anion,

sous réserve qu'au moins un groupe ester soit présent et qu'au moins 80 % en poids des motifs alkylène-oxyde soient constitués de motif s'éthylène-oxyde.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise un agent d'égalisation de formule



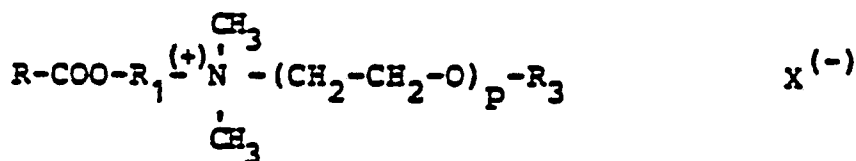
dans laquelle

R, R<sub>3</sub> et X<sup>(-)</sup> ont la définition indiquée dans la revendication 1,

m a la valeur 0 ou 1 et

p a une valeur de 10 à 40.

3. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise un agent d'égalisation de formule



dans laquelle

R, R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> et X<sup>(-)</sup> ont la définition indiquée dans la revendication 1, et

p a une valeur de 10 à 40.

4. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on ajoute un sel au bain de teinture avant l'addition de colorant.

5. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise l'agent d'égalisation en une quantité de 0,1 à 2 % en poids par rapport à la fibre cellulosique.

6. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce qu'on effectue la teinture avec des colorants directs et on choisit la quantité d'agent d'égalisation de manière que l'épuisement du bain se situe entre 20 et 60 % dans lesdites premières 10 minutes.