

①9



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤1 Int. Cl.²: D 06 P 1/30
D 06 P 3/60

⑫ **AUSLEGESCHRIFT** A3⑪ **612 561 G**

-
- ②1 Gesuchsnummer: 3133/76
- ⑥1 Zusatz von:
- ⑥2 Teilgesuch von:
- ②2 Anmeldungsdatum: 12. 03. 1976
- ③0 Priorität: Bundesrepublik Deutschland, 17. 03. 1975 (2511535)
- ④2 Gesuch bekanntgemacht: } 15. 08. 1979
④4 Auslegeschrift veröffentlicht: }
- ⑦1 Patentbewerber: Hoechst Aktiengesellschaft, Frankfurt a.M. (Bundesrepublik Deutschland)
- ⑦4 Vertreter: Brühwiler, Meier & Co., Zürich
- ⑦2 Erfinder: Joachim Steinbach, Frankfurt a.M. (Bundesrepublik Deutschland)
- ⑤6 Recherchenbericht siehe Rückseite
-

⑤4 **Verfahren zum zweibadigen Färben eines bahnförmigen Textilgutes aus Cellulosefasern**

⑤7 Bahnförmiges Textilgut aus Cellulosefasern wird nach dem Zweibad-Verfahren mit wasserlöslichen Schwefelfarbstoffen gefärbt. Das Textilgut wird nacheinander sowie ohne Zwischentrocknung zuerst mit einer Färbeflotte unter Zusatz einer Teilmenge von Schwefelnatrium geklotzt und sodann mit der heissen Reduktionsmittelflotte, enthaltend Schwefelnatrium und Natriumpolysulfid, überklotzt, wobei die Gesamtmenge an Schwefelnatrium höchstens 50 Gew.% des bekannten Sulfidbedarfs ausmacht. Anschliessend erfolgt während mindestens 10 Sekunden eine Luftgangpassage. Danach wird das Textilgut durch eine Breitwaschmaschine hindurchgeführt, in welcher der bzw. die aufgeklotzte(n) Farbstoff(e), durch Reoxydation wieder in seine bzw. ihre wasserlösliche Disulfidform umgewandelt wird bzw. werden.

Durch die Mitverwendung von Natriumpolysulfid als Redoxpuffer wird die zu unerwünschten Bronzierungeffekten Anlass gebende Spontanoxidation des Leukofarbstoffes mit dem Luftsauerstoff während der Luftgangpassage vermieden.



RAPPORT DE RECHERCHE RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:
Patentgesuch Nr.:

3133/76

I.I.B. Nr.:

HO 11 941

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>BE-A-715 737</u> (CASSELLA) - Beispiele 1, 4, 5 und 6 -----	1
	<u>FR-B-2 003 649</u> (MARTIN MARIETTA) - Beispiel 7	1
	<u>DE-A-1 769 856</u> (MARTIN MARIETTA) - Seite 2 -----	1
	<u>CH-B-514 727</u> (CASSELLA) - Patentanspruch I; Spalte 2, Absatz 5; Spalte 4, Absatz 1 -----	
	<u>FR-A-329 432</u> (BAYER) - Ganze Patentschrift	
	W. BERNARD, "Praxis des Bleichens und Färbens von Textilien", Springer-Verlag Berlin/Heidelberg/New York, 1966. - Seiten 208 - 211	

Domaines techniques recherchés
Recherchierte Sachgebiete
(INT. CL.2)

**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:

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

Raison:
Grund:

Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche

29-10-1976

PATENTANSPRÜCHE

1. Kontinuierliches Verfahren zum zweibadigen Färben eines bahnförmigen Textilgutes aus Cellulosefasern mit wasserlöslichen Schwefelfarbstoffen, wobei man das Textilgut zuerst auf einem Färbefoulard bei 30 bis 60 Gew. % Flottenaufnahme und einer Temperatur von 40 bis 50° C mit einer wässrigen Färbeflotte, enthaltend einen oder mehrere wasserlösliche Schwefelfarbstoff(e) sowie einen zur vollständigen Reduktion nicht ausreichenden Anteil von Schwefelnatrium, klotzt, das so behandelte Textilgut sodann auf einem Chemikalienfoulard bei 70 bis 40 Gew. % zusätzlicher Flottenaufnahme mit einer auf Temperaturen über 60° C erwärmten wässrigen Reduktionsmittelflotte, enthaltend eine weitere Menge des Reduktionsmittels in Form einer Mischung von Schwefelnatrium und Natriumpolysulfid, überklotzt, das Textilgut einem Luftgang von mindestens 10 Sekunden unterwirft und schliesslich die Färbung durch Reoxydation auf der Breitwaschanlage unter Bildung der wasserunlöslichen Disulfidform der Farbstoffe auf der Faser fertigstellt, dadurch gekennzeichnet, dass die Färbeflotte bereits 20 bis 30 Gew. % der als Sulfidbedarf für die komplette Reduktion des betreffenden Farbstoffs empirisch ermittelten Menge an Schwefelnatrium enthält und der Reduktionsmittelflotte, neben weiteren 30 bis 20 Gew. % der als spezifischer Sulfidbedarf bemessenen Menge an Schwefelnatrium, vor Gebrauch ausserdem noch ein Natriumpolysulfid der Formel Na_2S_x , worin x eine Zahl von 2 bis 5 bedeutet, in Form seiner wässrigen Lösung zugesetzt worden ist, wobei jedoch die bei den beiden Klotzbehandlungen aufgebrauchte Menge an Schwefelnatrium einen Wert von zusammen 50 Gew. % des bekannten Sulfidbedarfs nicht überschreitet, und dass das mit der Färbeflotte geklotzte Textilgut ohne Zwischentrocknung unmittelbar anschliessend mit der die beiden Reduktionsmittel nebeneinander enthaltenden etwa 95° C heissen Reduktionsflotte überklotzt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Reduktionsmittelflotte vor Gebrauch 8 bis 10 % vom Gewicht des Textilgutes einer etwa 15 %igen wässrigen Lösung des in Anspruch 1 definierten Natriumpolysulfids zugesetzt worden sind.

Wasserlösliche Schwefelfarbstoffe (C.I.: Solubilised Sulphur Dyes) sind seit längerer Zeit bekannt und in der Praxis sehr gut zum Färben von Cellulosefasern eingeführt.

Bei der Herstellung dieser Farbstoffe geht man von den wasserunlöslichen Schwefelfarbstoffen (C.I.: Sulphur Dyes) aus, die mit Reduktionsmitteln (Wasserstoffdonatoren) in ihre wasserlösliche Leukoform ($-\text{SH}$) verwandelt und dann mit Sulfiten zu Derivaten der Thioschwefelsäure $\text{F}-\text{S}-\text{SO}_3\text{Na}$ umgesetzt werden. Diese sogenannten Bunesalz-Farbstoffe sind in Substanz frei von Reduktionsmitteln, wasserlöslich, mit Luftsauerstoff nicht spontan reoxydierbar und deshalb in wässriger Lösung stabil.

Sie zeigen in dieser Form keine Affinität zu Cellulosefasern und die praktisch neutralen Flotten ergeben auf Cellulosefasern keine Quellung, woraus sich Vorteile bezüglich der Endengleichheit von Klotzfärbungen und der Durchfärbung ergeben.

Wird diese Bunesalz-Form (auf der Faser oder in der Flotte) der Wirkung von Reduktionsmitteln (vorzugsweise Alkalisulfiden) ausgesetzt, so wird im alkalischen Medium die oben erwähnte Leukoform wiederhergestellt. Diese SH-Form hat Affinität zur Cellulosefaser. Die endgültige und vollständige Fixierung erfolgt nach einem Dämpfprozess durch eine Reoxydation (zumeist im sauren Medium), bei dem die ursprüngliche Disulfid-Form ($-\text{S}-\text{S}-$) wieder zurückgebildet wird.

Für das kontinuierliche Färben von Cellulosematerial mit wasserlöslichen Schwefelfarbstoffen sind eine Reihe von Verfahren bekannt:

Einbad-Pad-Steam-Verfahren

Der gelöste Farbstoff wird mit den Reduktionsmitteln (Alkalisulfide, z. B. Natriumhydrogensulfid und Soda) kalt auf das Gewebe geklotzt und ohne Zwischentrocknung sofort etwa 40 Sekunden bei 110° C in einem Dämpfer mit luftfreiem Satttdampf gedämpft. Die (zumeist saure) Oxydation und die üblichen Spül- und Waschoperationen werden auf einer Breitwaschanlage vorgenommen. Da hier Farbstoff und Reduktionsmittel bereits miteinander reagiert haben und die gebildete Sulfhydryl-Form des Farbstoffs Affinität zur Faser hat, ist es zur Erreichung endengleicher Färbungen in einigen Fällen erforderlich, den Ansatz (erste Chassisfüllung) um etwa 20 % zu verdünnen und aus einem Chassis mit möglichst kleinem Volumen zu klotzen.

Zweibad-Pad-Steam-Verfahren

Die heisse Lösung des Farbstoffs wird ohne Reduktionsmittel auf das Gewebe geklotzt und dieses in der Hotflue getrocknet. Anschliessend wird das textile Material auf dem Chemikalienfoulard mit der Lösung des alkalischen Reduktionsmittels überklotzt, sofort gedämpft und wie beim Einbadverfahren weiterbehandelt.

Eine Ansatzabschwächung ist nicht erforderlich, die Reduktionsmittellösung erhält jedoch gelegentlich bei der ersten Chassisfüllung einen Zusatz der Farbstoff-Flotte, um ein eventuelles Ablösen im Chassis des Chemikalienfoulards zurückzudrängen. Man erreicht mit diesem Verfahren gute Endengleichheit und Durchfärbung.

In beiden Fällen ist ein Dämpfprozess zur Fixierung erforderlich. Obwohl das Zweibad-Verfahren Vorteile gegenüber dem Einbad-Verfahren vor allem bezüglich des Warenbildes bietet, wird dieses wegen seiner einfacheren Arbeitsweise bevorzugt.

Klotz-Thermofixier-Verfahren

Bei diesem Verfahren wird der Farbstoff als wässrige Lösung in Gegenwart von Harnstoff und eines speziellen Fixierhilfsmittels auf das Gewebe bei etwa 30° C geklotzt, bei 100 bis 102° C getrocknet und schliesslich bei etwa 160° C mit Trockenhitze 60 Sekunden thermofixiert. Die Nachbehandlung erfolgt in breitem Zustand nach Spülen, eine Reoxydation ist nicht erforderlich.

Der Vorteil dieses Verfahrens besteht in einem auch bei ungleichmässiger Webware guten Warenbild. Es können damit jedoch nur mittlere Farbtiefen erreicht werden, das Färben von Regeneratcellulosen wird nicht empfohlen, der Färbeprozess kann mit einem Ausrüstungsprozess kombiniert werden. Anstelle des Dämpfprozesses tritt hier eine thermische Behandlung mit Trockenhitze.

Klotz-Luftgang-Verfahren

Für das Färben von hellen bis mittleren Farbtiefen ist aus W. Bernard, «Praxis des Bleichens und Färbens von Textilien», Springer-Verlag 1966, Seite 208 ff., ein Verfahren bekannt, bei dem wasserlösliche Schwefelfarbstoffe mit den vollen, nicht gekürzten Zusätzen von Reduktionsmitteln, also Natriumsulfid bzw. Natriumhydrogensulfid, bei 60° C geklotzt, in einem Luftgang von 20 Sekunden fixiert und dann oxydiert werden. Um eine bessere Durchfärbung zu erreichen, können Farbstoffe und Reduktionsmittel auch getrennt voneinander geklotzt werden.

Diesem Verfahren haftet der grosse Nachteil an, dass die Farbstoffe voll reduziert und mit einem sehr negativen Redoxpotential auf die Faser aufgeklotzt werden. Die Reduktionsmittelmengen sind ausserdem viel zu hoch. Durch das somit

auf die ganze Ware übertragene, negative Redoxpotential ergeben sich beim Luftgang und bei der nachfolgenden Oxydation Schwierigkeiten, denn es besteht eine starke Neigung zur Spontanoxydation, bevor der Farbstoff richtig fixiert ist. Einen Hinweis für diese Tatsache liefert die Empfehlung auf die Vorteilhaftigkeit der zweibadigen Arbeitstechnik.

Nun ist es aber gemäss den Darlegungen in der FR-PS 329 432 bzw. der CH-PS 514 727 nicht mehr neu, dass die zu bronzierenden Färbungen führende Spontanoxydation der Sulphydrylform des Farbstoffes während des Luftganges durch den Luftsauerstoff durch Mitverwendung von Polysulfid als Redoxpuffer verhindert werden kann.

Diese beiden Druckschriften befassen sich allerdings mit einstufigen Applikationsweisen nach der Ausziehmethode, so dass ein direkter Vergleich zur zweistufigen Klotztechnik wegen der dort vorherrschenden unterschiedlichen Verhältnisse sowie den daraus resultierenden typischen Schwierigkeiten stets mit grossen Vorbehalten belastet bleiben muss. Wenn auch entsprechend der CH-PS 514 727 die Textilmaterialien im Zuge ihrer Behandlung auf dem Jigger bzw. auf der Haspel vor der Reoxydationsstufe zwangsläufig mit Luftsauerstoff in Berührung kommen, so hat doch hier aufgrund des mehrmaligen Wechsels der Warenführung der während der ersten Passage absorbierte reduzierte Farbstoff beim nächsten Durchlauf der Stoffbahn durch das Färbbad Gelegenheit, wiederum in Kontakt mit der Flotte zu treten und hierbei erneut Reduktionsmittel sowie auch Leukoverbindung aufzunehmen, was einen Ausgleich von infolge länger andauernder Luftsauerstoffeinwirkung der Spontanoxydation anheimgefallenen Stellen durch abermals einsetzende Reduktion erleichtert. Ein solcher Vorgang ist indessen bei den Massnahmen des Klotzprozesses ausgeschlossen, wo lediglich ein einmaliges sowie gegenüber der Färbung auf dem Jigger bzw. der Haspelkufe begrenztes Flottenangebot zur Verfügung steht und auch der Zeitfaktor eine wesentlich ungünstigere Rolle spielt.

Es wird nach der FR-PS 2 003 649 sowie der DE-OS 1 769 856 zwar auch bereits die zweistufige Applikation von Schwefelfarbstoffen, enthaltend Thiosulfatgruppen, erwähnt, wobei man die im ersten Arbeitsgang aufgebrauchten Farbstoffe durch Überklotzen mit Polysulfiden nachbehandelt und einem Luftgang unterwirft. Die hiesige Färbung bzw. der Druck basieren jedoch hinsichtlich des Schwefelfarbstoffes auf einem vollständig anderen Reaktionsprinzip. Es findet in diesem Fall keine Reduktion des Thiosulfat-Farbstoffes zur Leukoverbindung sowie anschliessende Reoxydation statt, sondern der Chemismus der Färbung verläuft vielmehr über eine Polykondensation der Thiosulfatverbindung unmittelbar zum unlöslichen Farbstoffdisulfid. Das in zweiter Stufe allein beteiligte Polysulfid fungiert hier als Kondensationsmittel und dient nicht zur Herbeiführung einer Reduktion des Thiosulfats; es hat deswegen keinen Einfluss auf irgendwelche Redoxpotentiale, die in diesem Fall bei der Farbstoffentwicklung keine Rolle spielen.

Die Wirkung der Mitverwendung von Natriumdisulfid in Schwefelfarbstoffe in Leukoform enthaltenden Färbeflotten anstelle von Natriumsulfid oder Natriumhydrogensulfid als Reduktionsmittel ist auch vom Stand der Technik gemäss US-PS 2 130 416 erkannt worden. Hier geht es in erster Linie darum, den Alkaligehalt der beschriebenen Schwefelfarbstoff-Flüssigpräparation herabzusetzen, um bei deren Anwendung eine Schädigung des damit behandelten Fasermaterials nach Möglichkeit auszuschliessen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein wirtschaftliches kontinuierliches Verfahren zum zweibadigen Färben eines bahnförmigen Textilgutes aus Cellulosefasern mit wasserlöslichen Schwefelfarbstoffen, bei welchem man das gut saugfähige Textilgut zuerst auf einem Färbefoulard bei 30 bis 60 Gew. % Flottenaufnahme mit einer 40 bis 50° C warmen

wässrigen Färbeflotte, enthaltend einen oder mehrere wasserlösliche Schwefelfarbstoff(e) sowie einen zur vollständigen Reduktion nicht ausreichenden Anteil von Schwefelnatrium, klotzt und die so behandelte Ware sodann auf einem Chemikalienfoulard bei 70 bis 40 Gew. % zusätzlicher Flottenaufnahme mit einer auf Temperaturen über 60° C erwärmten wässrigen Reduktionsmittelflotte, enthaltend eine weitere Menge des Reduktionsmittels in Form einer Mischung von Schwefelnatrium und Natriumpolysulfid, überklotzt, worauf das Textilgut zur Überführung der applizierten Farbstoffe auf der Faser in ihre wasserunlösliche Disulfidform statt einer Dämpfoperation einem Luftgang von mindestens 10 Sekunden, vorzugsweise 30 bis 40 Sekunden (entsprechend etwa 15 m), zweckmässig bei Raumtemperatur und anschliessend einer Passage auf der Breitwaschanlage mit Spül- und Oxydationsprozess, wie dies für Klotzfärbungen mit Schwefelfarbstoffen üblich ist, unterworfen wird. Dieses neue Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass die Färbeflotte bereits 20 bis 30 Gew. % der als Sulfidbedarf für eine komplette Reduktion des betreffenden Farbstoffes empirisch ermittelten Menge an Schwefelnatrium enthält und der Reduktionsmittelflotte neben weiteren 30 bis 20 Gew. % der als spezifischer Sulfidbedarf bemessenen Menge an Schwefelnatrium vor Gebrauch ausserdem noch ein Natriumpolysulfid der Formel Na_2S_x , worin x eine Zahl von 2 bis 5 bedeutet, in Form seiner wässrigen Lösung zugesetzt worden ist, wobei jedoch die bei den beiden Klotzbehandlungen aufgebrauchte Menge an Schwefelnatrium einen Wert von zusammen 50 Gew. % des bekannten Sulfidbedarfs nicht überschreitet, und dass das mit der Färbeflotte geklotzte Textilgut ohne Zwischentrocknung unmittelbar anschliessend mit der die beiden Reduktionsmittel nebeneinander enthaltenden, etwa 95° C heissen Flotte überklotzt wird.

Das nach dem erfindungsgemässen Verfahren verwendete Natriumpolysulfid wird der Reduktionsmittelflotte vor Gebrauch in Mengen entsprechend 8 bis 10 % vom Warengewicht, zweckmässig in Form einer 15 %igen wässrigen Lösung beigelegt.

Durch die Massnahmen im Rahmen der vorliegenden Erfindung lassen sich die vorstehend erwähnten Schwierigkeiten beim Klotz-Luftgang-Verfahren beheben. Das Natriumpolysulfid hat als Zusatz zur Reduktionsmittelflotte den Zweck, die Spontanoxydation der Sulphydrylform des Farbstoffes während des Luftganges durch den Luftsauerstoff zu verhindern und dadurch eine vollständige Diffusion in die Faser sowie die Fixation des Farbstoffes zu ermöglichen.

Das Natriumpolysulfid wirkt bekanntermassen als Redoxpuffer, der das sehr negative Redoxpotential (niedriger rH-Wert) des Schwefelnatriums durch sein eigenes positives Potential etwas anhebt. Dadurch wird die Spontanoxydation des Leukofarbstoffes mit Luftsauerstoff auf die Dauer des Luftganges verhindert. Die Redox-Kapazität gegenüber dem Farbstoff wird jedoch gesteigert.

Das eigentliche erfinderische Merkmal des neuen Verfahrens bei Verwendung von Natriumpolysulfid als Redoxpuffer wird gegenüber den konventionellen Färbemethoden des Standes der Technik in der Halbierung der erforderlichen Menge an dem als Reduktionsmittel eingesetzten Schwefelnatrium sowie in der Verteilung desselben auf Färb- und Reduktionsmittelflotte erblickt, wodurch man vorteilhaft auch eine Herabsetzung der Abwasserbelastung erreicht. Ein solches Vorhaben war keineswegs naheliegend, weil nach bisheriger Meinung in Fachkreisen bei einer Verringerung der Menge an Reduktionsmittel die Anfälligkeit der Leukofarbstoffe für die Spontanoxydation als grösser angenommen worden ist. Man ist deswegen in allen bisher bekannten Verfahren davon ausgegangen, dass allein die Menge des eingesetzten Reduktionsmittels die Spontanoxydation zurückdrängen kann. Daher sind die Reduktionsmittelmengen bei solchen Reaktionstypen nir-

gendwo erniedrigt worden. Nunmehr aber ist erkannt worden, dass bei optimaler Einstellung des Redoxpotentials die Redoxkapazität auf das notwendige Mass reduziert werden kann, was eine spürbare Entlastung bei den Auswaschprozessen und in der Abwasserbelastung bringt. Die Reduzierung des Reduktionsmittels begünstigt darüber hinaus auch die Farbstoffdiffusion wegen des wegfallenden Aussalzeffektes. Dadurch, dass damit die Alkali-Ionenkonzentration verringert wird, ist eine vermehrte Migration möglich.

Trotzdem war unter diesen Bedingungen die Durchfärbung noch nicht ohne weiteres gegeben, da ja für diese einmal nur die kurze Zeit während des Luftganges zur Verfügung steht und zum Unterschied von der Farbstoff-Fixierung durch Dämpfen auch keine weitere Energie zugeführt wird, um sie zu begünstigen.

Nun hat es sich aber erfindungsgemäss herausgestellt, dass die ausgleichende Diffusion in das Faserinnere dadurch unterstützt werden kann, dass man das mit den Farbstofflösungen vorgeklotzte textile Material mit einer heissen Chemikalienflotte überklotzt, wobei die Klotzflottentemperatur ganz nahe beim Kochpunkt liegen soll. Dieser Umstand ist es vor allem, der sehr gute Durchfärbung und Egalität, ruhiges Warenbild, selbst tiefe Färbungen bei voller Farbstoffausbeute zulässt. In keinem Färbeprospekt und in keiner Betriebsanleitung ist jedoch ein derartiger heisser Klotzvorgang erwähnt. Im Gegenteil, die US-PS 2 130 416 empfiehlt bei Verwendung von Polysulfid sogar eine Temperaturerniedrigung bei der Färbeoperation. Aus diesem Grund treten beim erfindungsgemässen Verfahren auch keine Farbtiefenverluste auf. Die Echtheitseigenschaften unterscheiden sich nicht von nach anderen Verfahren hergestellten Färbungen, denn durch das sehr heisse Klotzen bleibt die Ware über den grössten Teil des Luftgangs hinweg warm. Der Farbstoff fixiert auch schneller.

Eine ausreichende Differenz der Flottenaufnahmen auf den beiden Foulards, dem Farbstoff-Foulard und dem Chemikalienfoulard, ist eine notwendige Voraussetzung für dieses Verfahren. Die Flottenaufnahme des Chemikalien-Foulards muss stets höher als die des Farbstoff-Foulards sein.

In die Flottenmenge, die von der Ware nach dem ersten Klotzen beim zweiten Klotzen noch aufgenommen werden kann, muss die für den aufgeklotzten Farbstoff notwendige Restchemikalienmenge untergebracht werden können.

Da aber die Löslichkeit (bei Raumtemperatur) der hauptsächlich verwendeten Sulfide, Natriumhydrogensulfid und Natriumsulfid krist., sehr gut ist, können auch bei kleinen Differenzen der Flottenaufnahmen noch Fixierungen nach dem erfindungsgemässen Verfahren vorgenommen werden.

Die Flottenaufnahmen sind nicht nur von dem einstellbaren Druck der Foulardwalzen, sondern auch von der Warenqualität abhängig und müssen deshalb von Fall zu Fall möglichst genau ermittelt werden.

Die Berechnung der Chemikalienkonzentration erfolgt nach folgendem allgemeinem Schema. Es bedeuten:

A = Farbstoffmenge in % vom Warengewicht,

B = Flottenaufnahme auf dem Farbstoff-Foulard in % vom Warengewicht,

C = Flottenaufnahme auf dem Chemikalien-Foulard in % vom Warengewicht,

F = Verhältniszahl Sulfid/Farbstoff (spezifischer Sulfidbedarf, Äquivalenzfaktor*).

Gesucht wird:

x = Ansatzkonzentration des Farbstoffs in g/l

$$x = \frac{1000 A}{B} \text{ g/l,}$$

* Gegenüber den Angaben in den Informationsschriften zum spezifischen Sulfidbedarf der einzelnen Farbstoffe ist dieser Faktor für dieses Verfahren auf die Hälfte herabgesetzt.

y = Ansatzkonzentration des Sulfids in g/l oder cm³/l

$$y = \frac{1000 A \cdot F}{C - B} \text{ g/l bzw. cm}^3/\text{l,}$$

5 und bei Verwendung von Natriumhydrogensulfid (Lösung, handelsüblich)

z = Ansatzkonzentration Soda kalz. in g/l

$$z = \frac{y}{4} \text{ g/l, jedoch mindestens 4 g/l Soda kalz.}$$

10

Der Sulfidbedarf drückt aus, wieviel Teile (mit Sicherheitsüberschuss) Schwefelnatrium je Teil des wasserlöslichen Schwefelfarbstoffes benötigt werden, um diesen spezifischen Farbstoff durch Reduktion in seine faseraffine SH-Form überzuführen. Hierbei handelt es sich um experimentell ermittelte Werte, die höher als ein theoretisches Äquivalent liegen.

15

Derartige Richtwerte (Faktoren) für wasserlösliche Schwefelfarbstoffe vom Thiosulfonsäuretyp (F-S-SO₃H) sind allgemein praxisüblich und in der Literatur verzeichnet.

20

Als Beispiel für solche Zahlenangaben im Falle von handelsüblichen wasserlöslichen Schwefelfarbstoffen wird auf die Musterkarte C 669a «Hydrosol- und Hydrosollicht-Farbstoffe auf Baumwollstücke sowie Baumwoll- und Viscosezellwollgarn» der Cassella Farbwerke Mainkur AG, Frankfurt (Main)-Fechenheim verwiesen, der auszugsweise die folgende Zusammenstellung entnommen ist:

25

Spezifischer Sulfidbedarf,
Na₂S bzw. NaHS, vom jeweiligen Farbstoff abhängig
x Teile Farbstoff · Faktor F = y Teile Sulfid

30

Tabelle
«Sulfidbedarf»

35

C.I. Nr.	Solubilised Sulphur	Faktor F
53121	Yellow 2	1
40 53066	Brown 21	2
53056	Brown 10	1,5
53326	Brown 60	1,5
53328	Brown 51	2
53001	Brown 1	1
45 53286	Brown 16	1
53321	Brown 52	1
53271	Brown 15	1,5
53724	Brown 12	0,5
53723	Red 6	1
50 53441	Blue 7	1,5
53471	Blue 10	0,75
53481	Blue 2	0,75
53481	Green 2	0,75
53573	Green 3	0,5
55 53006	Green 9	2
53186	Black 1	2
—	Green 19	1
—	Red 11	2
—	Blue 11	1

60

Auf entsprechende Tabellen anderer Farbstoffhersteller wird aufmerksam gemacht.

Beispiel

65

Ein Baumwollkörper wird bei 40° C, einer Flottenaufnahme von 60 % (vom Warengewicht) und einer Waregeschwindigkeit von 30 m je Minute auf einem Foulard mit einer wässrigen Flotte geklotzt, die im Liter enthält:

65 g/l Solubilised Sulphur Green 9, C.I. Nr. 53006, 15 g/l Solubilised Sulphur Brown 16, C.I. Nr. 53286, 13 g/l Solubilised Sulphur Brown 51, C.I. Nr. 53328, 3 g/l eines anionaktiven Netzmittels auf Basis Alkansulfonat und 25 g/l Schwefelnatrium konz. (entspricht 30% des Gesamtbedarfs an Na_2S).

Das textile Material wird dann ohne Zwischentrocknen auf dem Chemikalienfoulard bei einer Flottenaufnahme von 80% (vom Warengewicht) und bei 95° C mit der wässrigen Chemikalienflotte überklotzt, die im Liter enthält:

90 g/l Schwefelnatrium konz. (entspr. 20% des Na_2S -Bedarfs) und 40 g/l einer 15%igen wässrigen Lösung eines Natriumpolysulfids mit durchschnittlichem Schwefelgehalt von 2 bis 5 Atomen je Molekül.

Die erste Chassisfüllung des Chemikalienfoulards erhält noch einen Zusatz von 50 cm³/l der obengenannten Farbstoff-Klotzflotte.

Die so behandelte Ware passierte danach einen Luftgang von 15 m (entspricht 20 bis 40 Sekunden), bei dem eine Spontanoxydation der Leukoverbindungen nicht erfolgt, und wird anschliessend auf der Breitwaschanlage in der gleichen üblichen Weise wie Schwefelfärbungen durch Spülen, Oxydieren und Spülen weiter- und nachbehandelt.

Man erhält eine egale und sehr gut durchgefärbte Ware in einem vollen Olivton, dessen Farbtiefe der aufgewendeten Farbstoffmenge entspricht, d. h. es erfolgt vollständige Fixierung der eingesetzten Farbstoffe.