



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 692 33 075 T2** 2009.09.10

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 008 678 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **692 33 075.5**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 103 599.7**

(96) Europäischer Anmeldetag: **25.03.1992**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **14.06.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **21.05.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **10.09.2009**

(51) Int Cl.⁸: **D06L 3/12** (2006.01)

D01F 2/00 (2006.01)

D01F 11/02 (2006.01)

D06M 13/278 (2006.01)

D06M 13/355 (2006.01)

D06M 13/358 (2006.01)

D06P 3/66 (2006.01)

D06M 16/00 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

9122318

21.10.1991

GB

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, CH, DE, ES, FR, GB, IT, LI, NL, PT, SE

(73) Patentinhaber:

Tencel Ltd., Spondon, Derby, GB

(72) Erfinder:

Taylor, James Martin, Alveston, DE2 6GW, GB

(74) Vertreter:

v. Fünér Ebbinghaus Finck Hano, 81541 München

(54) Bezeichnung: **Faserbehandlung**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents 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).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft die Behandlung von Fasern und beschäftigt sich dabei insbesondere mit der Behandlung von Fasern zur Verringerung von deren Neigung zum Fibrillieren sowie mit der Behandlung von aus Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefasern.

[0002] Es wurde bereits vorgeschlagen, Cellulosefasern durch Verspinnen einer Celluloselösung in einem geeigneten Lösungsmittel herzustellen. Ein Beispiel für ein derartiges Verfahren wird in der GB-A-2043525 beschrieben. Bei einem derartigen Spinnverfahren wird Cellulose in einem Cellulose-Lösungsmittel, wie z. B. einem N-Oxid eines tertiären Amins, beispielsweise N-Methylmorpholin-N-oxid, gelöst. Die erhaltene Lösung wird dann durch eine geeignete Düse extrudiert, wobei eine Reihe von Filamenten entsteht, die zur Entfernung des Lösungsmittels in Wasser gewaschen und anschließend getrocknet werden. Solche Cellulosefasern, die hier als "aus Lösungsmittel ersponnene Cellulosefasern" bezeichnet werden, sind zu unterscheiden von durch chemische Regeneration von Celluloseverbindungen, wie z. B. Viskosefasern, Cuprofasern, polynosischen Fasern und dergleichen, hergestellten Fasern.

[0003] Die vorliegende Erfindung betrifft insbesondere die Behandlung von derartigen aus Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefasern zur Verringerung deren Neigung zum Fibrillieren. Unter Fibrillierung versteht man das Aufbrechen einer Faser in Längsrichtung unter Ausbildung einer haarigen Struktur. Ein praktisches Verfahren zur Verringerung der Neigung zum Fibrillieren muß nicht nur die Fibrillierung hemmen, sondern darf die anschließende Verarbeitbarkeit der Faser nur minimal und deren Feinheitestigkeit und Dehnbarkeit so wenig wie möglich beeinträchtigen. Bei eigenen Untersuchungen stellte sich heraus, daß einige die Neigung zum Fibrillieren verringernde Verfahren als unerwünschte Nebeneffekte entweder die Feinheitestigkeit und die Dehnbarkeit der Faser verringern oder die Faser spröde machen, so daß sie nicht mehr verarbeitet werden kann.

[0004] Cellulosegewebe wurden zur Verbesserung der Knitterfestigkeit bereits mit Harzen behandelt. Diese Art von Behandlung wird in einem Aufsatz mit dem Titel "Textile Resins" in der Encyclopaedia of Polymer Science and Technology, Band 16 (1989, Wiley-Interscience), Seite 682–710, beschrieben. Bei den dabei verwendeten Harzen handelt es sich im allgemeinen um polyfunktionelle Substanzen, die mit Cellulose reagieren und sie vernetzen. Durch die Harzbehandlung werden neben der Abriebfestigkeit möglicherweise auch die Reiß- und Weiterreißfestigkeit verringert. Die Gewebe werden in der Regel vor der Vernetzung gefärbt, da der Farbstoff nicht in die vernetzte Faser eindringen kann.

[0005] Zur Färbung von Fasern einschließlich natürlicher Cellulosefasern, wie z. B. Baumwolle, und halbsynthetischer Cellulosefasern, wie z. B. Cupro und Viskose, gibt es umfangreiche Literatur, beispielsweise: Man-Made Fibres, R. W. Moncrieff, 6. Auflage (Newnes-Butterworth, 1975), Kapitel 49 (Seite 804–951); einen Aufsatz mit dem Titel "Dyeing" in der Encyclopaedia of Polymer Science and Engineering, Band 5 (Wiley-Interscience, 1986), Seite 214–277; und Textile Dyeing Operations, S. V. Kulkarni et al. (Noyes Publications, 1986). Übliche Farbstofftypen für Cellulose sind u. a. Direktfarbstoffe, Azofarbstoffe, faserreaktive Farbstoffe, Schwefelfarbstoffe und Küpenfarbstoffe. Die Wahl des Farbstoffs für eine spezielle Anwendung richtet sich nach verschiedenen Faktoren, u. a. der gewünschten Farbe, der Gleichmäßigkeit der Färbung, der Wirkung auf den Glanz, Waschechtheit, Lichtechtheit und Kosten.

[0006] Reaktivfarbstoffe werden in einem Aufsatz mit dem Titel "Dyes, Reactive" in Kirk-Othmer, Encyclopaedia of Chemical Technology, 3. Auflage, Band 8 (1979, Wiley-Interscience), Seite 374–392, beschrieben. Diese Farbstoffe enthalten ein Chromophorsystem, das direkt oder indirekt an eine Einheit, die eine oder mehrere gegenüber dem einzufärbenden Material reaktive funktionelle Gruppen enthält, gebunden ist. Reaktivfarbstoffe für cellulosische Materialien werden im obengenannten Aufsatz insbesondere auf Seite 380–384 beschrieben. Da die reaktiven funktionellen Gruppen im Farbstoffbad leicht hydrolysieren können, hat man zur Erzielung einer höheren Fixierausbeute auch bereits Reaktivfarbstoffe mit mehreren reaktiven Gruppen verwendet.

[0007] In der GB-A-878655 wird ein Verfahren beschrieben, bei dem man in eine regenerierte Cellulosefaser ein Kunstharz einarbeitet. Herkömmliche Viskose-Naßfaser hat einen Wassergehalt von 120–150% und wird zur Verringerung des Wassergehalts auf 100% ausgequetscht. Dann wird die ausgequetschte Faser mit einem Vernetzer, beispielsweise einem Formaldehydharz-Vorkondensat, behandelt, wiederum zur Verringerung des Wassergehalts auf 100% ausgequetscht, getrocknet und zur Härtung des Harzes erhitzt. Das gehärtete Harz vernetzt die Faser, und die behandelte Faser läßt sich besser zu Garn und Tuch verarbeiten. Ein ähnliches Verfahren wird in der GB-A-950073 beschrieben. Derartige Verfahren machen jedoch die Faser spröde und verringern die Dehnbarkeit.

[0008] In der FR-A-2273091 wird ein Verfahren zur Herstellung von polynosischer Viskosefaser mit verringerter Neigung zum Fibrillieren beschrieben. Dabei behandelt man die Faser im primären Gelzustand, der für die Herstellung von polynosischer Viskose charakteristisch ist, mit einem Vernetzer mit mindestens zwei Acrylamidgruppen und einem alkalischen Katalysator. Bei diesem primären polynosischen Gel handelt es sich um ein stark gequollenes Gel mit einem Wassergehalt von 190–200%, wie er nur bei noch nie getrockneter polynosischer Viskose anfällt.

[0009] In der EP-A-118983 wird ein Verfahren zur Behandlung von natürlichen Textilfasern, beispielsweise Wolle und Baumwolle, und synthetischen Polyamidfasern zur Verbesserung ihrer Affinität für Dispersions- oder anionische Farbstoffe beschrieben. Dabei behandelt man die Fasern mit einer wäßrigen Lösung oder Dispersion eines Arylierungsmittels. Das Arylierungsmittel enthält sowohl einen hydrophoben Benzol- oder Naphthalinring als auch eine reaktive Gruppe, wie z. B. eine Halogentriazingruppe.

[0010] In der EP-A-174794 wird ein Verfahren zur Behandlung von natürlichen Textilfasern, beispielsweise Wolle und Baumwolle, und synthetischen Polyamidfasern mit einem Arylierungsmittel beschrieben. Diese Behandlung ergibt Cellulosefasern und -flächengebilde mit verbesserter Farbstoffaffinität und verbessertem Knittererholungsvermögen. Das Arylierungsmittel enthält vorzugsweise mindestens eine funktionelle Gruppe, bei der es sich um ein Vinylsulfon oder dessen Vorläufer handelt.

[0011] Die vorliegende Erfindung widmet sich dem Bedarf an einem Verfahren, das nicht nur die Neigung zum Fibrillieren von aus Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefasern verringert, sondern auch keine wesentliche Verringerung der Feinheitfestigkeit und Dehnbarkeit hervorruft und die Verarbeitbarkeit nicht wesentlich beeinträchtigt. Die Aufrechterhaltung einer Balance zwischen allen geforderten Eigenschaften der aus Lösungsmittel ersponnenen Faser ist ausgesprochen schwierig, da es nicht ausreicht, eine Faser herzustellen, die zwar nicht fibrilliert, aber eine sehr geringe Feinheitfestigkeit, Dehnbarkeit oder Verarbeitbarkeit aufweist. Manchmal wäre es auch unbefriedigend, eine Faser herzustellen, die sich nicht zum anschließenden Färben eignet.

[0012] Ein erfindungsgemäßes Verfahren zur Bereitstellung einer aus Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefaser mit verringerter Neigung zum Fibrillieren ist dadurch gekennzeichnet, daß man die Faser mit einem chemischen Reagens mit zwei bis sechs gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen behandelt. Vorzugsweise hat die Faser vor und nach der Behandlung im wesentlichen den gleichen Farbeindruck, d. h. der Farbeindruck der Faser wird von der Behandlung im wesentlichen nicht beeinflusst, wobei dies im folgenden als die bevorzugte Form der Erfindung bezeichnet wird.

[0013] Man nimmt an, daß die hier beschriebene Fibrillierung von Cellulosefasern auf mechanischen Abrieb von den Fasern bei der Verarbeitung in nasser und gequollener Form zurückzuführen ist. Aus Lösungsmittel ersponnene Fasern scheinen gegenüber derartigem Abrieb besonders empfindlich zu sein und sind daher fibrillierungsanfälliger als andere Cellulosefasertypen. Höhere Temperaturen und längere Zeiten bei der Naßverarbeitung führen häufig zu höheren Fibrillierungsgraden. Bei Naßbehandlungsverfahren, wie z. B. Färbverfahren, unterliegen die Fasern unweigerlich mechanischem Abrieb. Da bei Reaktivfarbstoffen im allgemeinen strengere Färbebedingungen als bei anderen Farbstofftypen, beispielsweise Direktfarbstoffen, erforderlich sind, unterliegen die Fasern dementsprechend stärkerem mechanischem Abrieb. Es war daher unerwartet und überraschend, daß die Wahl von polyfunktionellen Reaktivfarbstoffen aus der Klasse der zum Färben von Cellulose geeigneten Farbstoffe als erfindungsgemäßes chemisches Reagens zu einem gegenüber beispielsweise monofunktionellen Reaktivfarbstoffen oder Direktfarbstoffen geringeren Fibrillierungsgrad führte.

[0014] Die nach der bevorzugten Form der vorliegenden Erfindung eingesetzten chemischen Reagenzien unterscheiden sich dadurch von Reaktivfarbstoffen, daß sie keinen Chromophor enthalten und so im wesentlichen farblos sind. Durch eine Behandlung mit solchen Reagenzien ändert sich der Farbton der aus Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefaser also im wesentlichen nicht. Die behandelte Faser eignet sich demgemäß zur Färbung auf jegliche für Cellulosefasern, -garne und -flächengebilde bekannte Art und Weise.

[0015] Bei den gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen kann es sich um beliebige, aus dem Stand der Technik bekannte funktionelle Gruppen handeln. In dem obengenannten Aufsatz mit dem Titel "Dyes, Reactive" sind zahlreiche Beispiele für derartige Gruppen aufgeführt. Bevorzugte Beispiele für derartige funktionelle Gruppen sind an einen Polyazinring gebundene reaktive Halogenatome, beispielsweise an einen Pyridazin-, Pyrimidin- oder sym-Triazinring gebundene Fluor-, Chlor- oder Bromatome. Als weitere Beispiele für derartige funktionelle Gruppen seien Vinylsulfone und deren Vorläufer aufgeführt. Die funktionellen Gruppen im Reagens können jeweils gleich oder verschieden sein.

[0016] Das chemische Reagens enthält bevorzugt mindestens einen Ring mit mindestens zwei, insbesondere zwei oder drei, daran gebundenen reaktiven funktionellen Gruppen. Als Beispiele für derartige Ringe seien die oben bereits erwähnten polyhalogenierten Polyazinringe genannt. Es stellte sich heraus, daß derartige Reagenzien die Neigung zum Fibrillieren wirksamer verringern als Reagenzien, in denen die funktionellen Gruppen weiter voneinander getrennt sind, beispielsweise Reagenzien, in denen zwei monohalogenierte Ringe über eine aliphatische Kette verknüpft sind. Ein bevorzugter Reagentyp enthält einen Ring mit zwei daran gebundenen reaktiven funktionellen Gruppen. Andere, möglicherweise ebenfalls bevorzugte Reagentypen enthalten zwei oder drei über aliphatische Gruppen verknüpfte Ringe, an die jeweils zwei reaktive funktionelle Gruppen gebunden sind. Bevorzugte Reagentypen sind u. a. Reagenzien mit einer Dichlortriazinyl-, Trichlorpyrimidinyl-, Chlordifluorpyrimidinyl-, Dichlorpyrimidinyl-, Dichlorpyridazinyl-, Dichlorpyridazinonyl-, Dichlorchinoxaliny- oder Dichlorphthalazinylgruppe. Weitere bevorzugte Reagentypen sind u. a. Reagenzien mit mindestens zwei an einen Polyazinring gebundenen Vinylsulfon-, beta-Sulfatoethylsulfon- oder beta-Chlorethylsulfongruppen.

[0017] Man trägt das chemische Reagens vorzugsweise in einem wäßrigen System auf die Faser auf, vorzugsweise in Form einer wäßrigen Lösung. Das chemische Reagens kann eine oder mehrere wasserlöslichmachende Gruppen enthalten. Dabei kann es sich um eine ionische Spezies, beispielsweise eine Sulfonsäuregruppe, oder um eine nichtionische Spezies, beispielsweise eine oligomere Polyethylenglykol- oder Polypropylenglykolkette, handeln. Nichtionische Spezies haben im allgemeinen weniger Einfluß auf die wesentlichen Färbereigenschaften der Cellulosefaser als ionische Spezies und können aus diesem Grund insbesondere nach der bevorzugten Form der Erfindung bevorzugt sein. Die wasserlöslichmachende Gruppe kann über eine labile Bindung, beispielsweise eine Bindung, die nach der Umsetzung des chemischen Reagens mit der Cellulosefaser hydrolyseanfällig ist, an das chemische Reagens gebunden sein.

[0018] Bei den bekannten Verfahren zur Herstellung von aus Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefasern geht man so vor, daß man:

- (i) Cellulose unter Bildung einer Lösung in einem mit Wasser mischbaren Lösungsmittel auflöst;
- (ii) die Lösung durch eine Düse extrudiert, wobei eine Faservorstufe entsteht;
- (iii) die Faservorstufe durch mindestens ein Wasserbad führt, um das Lösungsmittel zu entfernen und die Faser auszubilden; und
- (iv) die Faser trocknet.

[0019] Die feuchte Faser, die man in Schritt (iii) erhält, wird als Naßfaser bezeichnet und besitzt in der Regel einen Wassergehalt im Bereich von 120–150%. Die nach Schritt (iv) erhaltene getrocknete Faser weist in der Regel ein Wasseraufnahmevermögen von etwa 60–80% auf, bezogen auf das Trockengewicht der Faser. Nach einer Ausführungsform der Erfindung behandelt man die Faser mit dem chemischen Reagens im Naßzustand der Faser, d. h. während oder nach Schritt (iii), aber vor Schritt (iv). Dabei kann die Faser je nach Geräteausführung in Form einer Stapelfaser oder eines Spinnkabels vorliegen. Beispielsweise wird eine wäßrige Lösung des chemischen Reagens aus einem zirkulierenden Bad auf die Naßfaser aufgetragen oder auch darauf aufgespritzt oder aufgeperlt. Diese Ausführungsform kann vorteilhaft sein, wenn es sich bei dem Reagens um ein im wesentlichen farbloses Reagens handelt, d. h. nach der bevorzugten Form der Erfindung.

[0020] Alternativ kann das erfindungsgemäße Behandlungsverfahren nach einer anderen Ausführungsform der Erfindung nach herkömmlichen Reaktivfarbstoffverfahren durchgeführt werden, wobei man das chemische Reagens in gleicher oder ähnlicher Art und Weise wie einen Reaktivfarbstoff verwendet. Nach dieser Ausführungsform kann das Verfahren auf Spinnkabel oder Stapelfaser, Garn oder textile Flächengebilde angewandt werden. Das Behandlungsverfahren gemäß der bevorzugten Form der Erfindung kann auf der getrockneten Faser nach oder besonders bevorzugt vor oder gleichzeitig mit dem Färben erfolgen. Erfolgt die Behandlung vor oder nach dem Färben, so wird die Faser zwischen der Behandlung und den Färbeverfahren vorzugsweise nicht zwischengetrocknet. Man kann das Behandlungsverfahren mit einem Färbebad durchführen, das sowohl einen monofunktionellen Reaktivfarbstoff als auch das chemische Reagens, bei dem es sich sowohl um einen Farbstoff als auch um ein im wesentlichen farbloses Reagens handeln kann, enthält. Man kann es aber auch mit einem Bad durchführen, das mehr als einen Typ von chemischem Reagens enthält, beispielsweise einen oder mehrere Farbstoffe und ein oder mehrere im wesentlichen farblose chemische Reagenzien. Bei den funktionellen Gruppen in jeglichen derartigen Farbstoffen und Reagenzien kann es sich um gleiche oder verschiedene chemische Spezies handeln.

[0021] Die gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen in Reaktivfarbstoffen sowie in den chemischen Reagenzien, die bei der vorliegenden Erfindung verwendet werden, können unter alkalischen Bedingungen sehr schnell mit Cellulose reagieren, wobei solche Gruppen enthaltende Reagenzien vorteilhaft sein kön-

nen. Beispiele für derartige funktionelle Gruppen sind die oben bereits erwähnten halogenierten Polyazinringe. Derartige chemische Reagenzien können daher aus einer schwach alkalischen Lösung aufgetragen werden, beispielsweise aus einer durch Zusatz von Natriumcarbonat (Soda kalz.), Natriumhydrogencarbonat oder Natriumhydroxid alkalisch eingestellten Lösung. Alternativ dazu kann man die Faser in einer ersten Stufe mit schwachem wässrigem Alkali alkalisch einstellen, bevor in einer zweiten Stufe die Behandlung mit der Lösung des chemischen Reagens erfolgt. Die erste Stufe dieser Zweistufenmethode wird in der Färberei als Vorschärfen bezeichnet. Sie hat den Vorteil, daß die funktionellen Gruppen in der Reagenslösung weniger stark hydrolysiert werden, da die Hydrolyse derartiger Gruppen unter alkalischen Bedingungen schneller verläuft. Die bei der zweiten Stufe der Zweistufenmethode verwendete Lösung des chemischen Reagens kann gegebenenfalls einen Zusatz von Alkali enthalten. Bei Anwendung der Zweistufenmethode setzt man vorzugsweise im wesentlichen das gesamte Alkali in der ersten Stufe ein. Es wurde im allgemeinen und überraschenderweise gefunden, daß so behandelte Faser eine geringere Neigung zum Fibrillieren aufweist als bei Zusatz von Alkali in beiden Stufen. Es wurde außerdem überraschenderweise festgestellt, daß die Neigung der behandelten Faser zum Fibrillieren nach einer Zweistufenbehandlung, in der im wesentlichen das gesamte Alkali in der ersten Stufe zugesetzt wird, geringer als nach einer Einstufenbehandlung sein kann, wenngleich der Grund dafür nicht bekannt ist. Demgemäß stellt diese Zweistufenmethode ein bevorzugtes Verfahren zur Ausführung der Erfindung dar.

[0022] Die funktionellen Gruppen des chemischen Reagens können mit Cellulose zwar bei Raumtemperatur reagieren, jedoch ist im allgemeinen die Zufuhr von Wärme zur Erzielung eines beträchtlichen Reaktionsgrads bevorzugt. Beispielsweise kann man das Reagens unter Verwendung einer heißen Lösung auftragen, die mit dem Reagens befeuchtete Faser erhitzen oder mit Dampf behandeln oder die befeuchtete Faser durch Erhitzen trocknen. Vorzugsweise behandelt man die befeuchtete Faser mit Dampf, da dieses Erwärmungsverfahren im allgemeinen eine Faser mit der geringsten Neigung zum Fibrillieren ergab. Man verwendet vorzugsweise unter niedrigem Druck stehenden Dampf, beispielsweise bei einer Temperatur von 100 bis 110°C, und die Dampfbehandlungszeit beträgt in der Regel 4 Sekunden bis 20 Minuten, genauer gesagt 5 bis 60 Sekunden oder 10 bis 30 Sekunden.

[0023] Bei chemischen Reagenzien mit mehr als einem speziellen Typ von funktioneller Gruppe stellt man häufig fest, daß die funktionellen Gruppen unterschiedlich reaktiv sind. Das trifft beispielsweise auf die oben bereits erwähnten polyhalogenierten Polyazine zu. Das erste Halogenatom reagiert schneller mit Cellulose als ein zweites oder nachfolgendes Halogenatom. Man kann das erfindungsgemäße Verfahren unter solchen Bedingungen durchführen, daß in der Behandlungsstufe nur eine derartige funktionelle Gruppe reagiert und die verbleibende funktionelle Gruppe bzw. die verbleibenden funktionellen Gruppen erst danach zur Reaktion gebracht werden, beispielsweise durch Zufuhr von Wärme beim Behandeln mit Dampf oder beim Trocknen oder durch Anwendung von Alkali bei der anschließenden Naßveredelung in der Fläche.

[0024] Man kann die Faser nach der Reaktion des chemischen Reagens mit der Cellulose zur Neutralisation von jeglichem zugesetztem Alkali mit einer schwach sauren wässrigen Lösung spülen.

[0025] Man kann die Faser mit 0,1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 5 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,2 bis 2 Gew.-%, des chemischen Reagens behandeln, wenngleich möglicherweise ein Teil des Reagens hydrolysiert wird und daher nicht mit der Faser reagieren kann. Nach der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann man das chemische Reagens derart mit der Cellulosefaser umsetzen, daß weniger als 20%, bevorzugt weniger als 10% und besonders bevorzugt 5% oder weniger, der Farbstoffzentren auf der Cellulosefaser besetzt werden, damit eine anschließende Färbung der Faser mit farbbegebenden Farbstoffen, bei denen es sich gegebenenfalls um Reaktivfarbstoffe handeln kann, möglich ist.

[0026] Man kann Cellulosefasern, insbesondere in Form von aus derartigen Fasern hergestellten Flächengebilden, zur Entfernung von Oberflächenfibrillen mit einem Cellulaseenzym behandeln. Das Cellulaseenzym kann in Form einer wässrigen Lösung vorliegen, wobei die Konzentration im Bereich von 0,5 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 3 Gew.-%, liegen kann. Der pH-Wert der Lösung kann im Bereich von 4 bis 6 liegen. Die Lösung kann auch ein nichtionisches Detergens enthalten. Man kann das Flächengebilde bei einer Temperatur im Bereich von 20°C bis 70°C, bevorzugt 40°C bis 65°C, besonders bevorzugt 50°C bis 60°C, über einen Zeitraum im Bereich von 15 Minuten bis 4 Stunden behandeln. Diese Cellulasebehandlung kann eingesetzt werden, um von aus Lösungsmittel ersponnenen Fasern, Garnen und Flächengebilden, die mit einem chemischen Reagens gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt worden sind, Fibrillen zu entfernen.

[0027] Aus Lösungsmittel ersponnene Cellulosefaser ist im Handel von Courtaulds Fibres Limited erhältlich.

[0028] Die Erfindung wird nun anhand der folgenden Beispiele erläutert.

[0029] Die Bewertung des Fibrillierungsgrads einer Faser erfolgte nach der nachstehend beschriebenen Prüfmethode 1; die Bewertung der Neigung einer Faser zum Fibrillieren erfolgte nach den nachstehend beschriebenen Prüfmethoden 2–4.

Prüfmethode 1 (Bewertung der Fibrillierung)

[0030] Für die Bewertung der Fibrillierung gibt es keinen allgemein anerkannten Standard; nach der folgenden Methode wurde der Fibrillierungsindex bewertet. Zunächst wurde eine Reihe von Proben mit keiner und ansteigender Fibrillierung identifiziert. Dann wurde von jeder Probe eine Standardlänge einer Faser ausgemessen und die Zahl der Fibrillen (feine haarige Abspaltungen, die vom Hauptkörper der Faser ausgehen) entlang der Standardlänge gezählt. Die Länge jeder Fibrille wurde gemessen und für jede Faser wurde als willkürliche Zahl das Produkt aus der Zahl der Fibrillen und der mittleren Länge jeder Fibrille bestimmt.

[0031] Die Faser mit dem höchsten Produktwert wurde als die am stärksten fibrillierte Faser identifiziert und mit einem willkürlichen Fibrillierungsindex von 10 versehen. Der völlig unfibrillierten Faser wurde ein Fibrillierungsindex von 0 zugeordnet, und die übrigen Fasern wurden auf der Basis der mikroskopisch bestimmten willkürlichen Zahlen gleichmäßig in einem Bereich von 0 bis 10 verteilt.

[0032] Die vermessenen Fasern wurden dann zur Erstellung einer Standard-Bewertungsskala verwendet. Zur Bestimmung des Fibrillierungsindex irgendeiner anderen Faserprobe wurden fünf oder zehn Fasern unter dem Mikroskop visuell mit den Standard-Fasern verglichen. Dann wurden die visuell bestimmten Zahlen für jede Faser gemittelt, was den Fibrillierungsindex für die geprüfte Probe ergab. Die visuelle Bestimmung und Mittelwertbildung ist selbstverständlich viel schneller als die Vermessung, und es erwies sich, daß Faserfachleute die Bewertung von Fasern praktisch toleranzfrei durchführen können.

Prüfmethode 2 (Abkochen, Bleichen, Färben)

(i) Abkochen

[0033] In einem Zylinder aus rostfreiem Stahl mit einer Länge von etwa 25 cm, einem Durchmesser von 4 cm und einem Fassungsvermögen von etwa 250 ml wurde 1 g Faser vorgelegt. Nach Zusatz von 50 ml einer herkömmlichen Abkochlösung mit 2 g/l Detergyl (einem anionischen Detergens; Detergyl ist ein Warenzeichen der ICI plc) und 2 g/l Natriumcarbonat wurde ein Schraubverschluß aufgesetzt und der verschlossene Zylinder 60 Minuten bei 95°C mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht. Die abgekochte Faser wurde dann mit heißem und kaltem Wasser gewaschen.

(ii) Bleichen

[0034] Die Faser wurde mit 50 ml einer Bleichlösung mit 15 ml/l 35%igem Wasserstoffperoxid, 1 g/l Natriumhydroxid, 2 g/l Prestogen PC als Peroxid-Stabilisator (Prestogen ist ein Warenzeichen der BASF AG) und 0,5 ml/l Irgalon PA als Sequestriermittel (Irgalon ist ein Warenzeichen der Ciba Geigy AG) versetzt und der Zylinder mit einem Schraubverschluß verschlossen. Dann wurde der Zylinder 90 Minuten bei 95°C wie oben gedreht. Die gebleichte Faser wurde dann mit heißem und kaltem Wasser gewaschen.

(iii) Färben

[0035] Nach Zusatz von 50 ml einer Färbelösung mit 8% Procion Navy HER 150 (Procion ist ein Warenzeichen von ICI plc), bezogen auf das Gewicht der Faser, und 55 g/l Glaubersalz wurde der Zylinder verschlossen und 10 Minuten bei 40°C wie oben gedreht. Dann wurde die Temperatur auf 80°C erhöht und so viel Natriumcarbonat zugesetzt, daß sich eine Konzentration von 20 g/l ergab. Dann wurde der Zylinder wieder verschlossen und 60 Minuten gedreht. Nach Waschen mit Wasser wurden der Faser 50 ml einer Lösung mit 2 ml/l Sandopur SR (einem anionischen Detergens; Sandopur ist ein Warenzeichen von Sandoz Ltd) zugesetzt, wonach der Zylinder verschlossen wurde. Dann wurde der Zylinder 20 Minuten bei 100°C wie oben gedreht. Anschließend wurde die gefärbte Faser gewaschen und getrocknet und danach nach Prüfmethode 1 hinsichtlich der Fibrillierung bewertet.

Prüfmethode 3 (Kugellagerkugel)

[0036] In einem 200-ml-Metallfärbetopf wurden 1 g Faser mit 100 ml einer Lösung mit 0,8 g/l Procion Navy HER 150 (Procion ist ein Warenzeichen von ICI plc), 55 g/l Glaubersalz und eine Kugellagerkugel mit einem Durchmesser von 2,5 cm vorgelegt. Die Kugel diente zur Verstärkung des Abriebs der Faser. Der Topf wurde dann verschlossen und 10 Minuten bei 40°C mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht. Dann wurde die Temperatur auf 80°C erhöht und so viel Natriumcarbonat zugesetzt, daß sich eine Konzentration von 20 g/l ergab. Dann wurde der Topf wieder verschlossen und weitere 3 Stunden gedreht. Danach wurde die Kugel herausgenommen und die Faser mit Wasser gewaschen. Dann wurden 50 ml einer Lösung mit 2 ml/l Sandopur SR (einem anionischen Detergens; Sandopur ist ein Warenzeichen der Sandoz Ltd) zugesetzt, wonach der Zylinder verschlossen wurde. Dann wurde der Zylinder 20 Minuten bei 100°C wie oben gedreht. Anschließend wurde die gefärbte Faser gewaschen und getrocknet und danach nach Prüfmethode 1 hinsichtlich der Fibrillierung bewertet. Die Prüfmethode 3 liefert strengere Fibrillierungsbedingungen als die Prüfmethode 2.

Prüfmethode 4 (Mixer)

[0037] In einem Haushaltsmixer wurde 0,5 g in Stücke von 5–6 mm Länge geschnittene und bei Raumtemperatur in 500 ml Wasser dispergierte Faser vorgelegt. Nach 2 Minuten Mixerlauf bei etwa 12000 rpm wurde die Faser isoliert, getrocknet und nach Prüfmethode 1 hinsichtlich der Fibrillierung bewertet. Die Prüfmethode 4 liefert strengere Fibrillierungsbedingungen als die Prüfmethode 2 oder 3.

[0038] Die nachfolgenden Beispiele erläutern die bevorzugte Form der Erfindung.

Beispiel 1

[0039] Zur Herstellung eines farblosen chemischen Reagens mit zwei gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen wurde Cyanurchlorid mit einer äquimolaren Menge Polyethylenglykolmonomethylether mit Molekulargewicht 550 umgesetzt. Aus diesem Reagens wurde eine 50 g/l davon sowie 20 g/l Natriumcarbonat enthaltende Lösung hergestellt. Darin wurde ein Strang aus Lösungsmittel ersponnener Cellulose-Naßfaser mit einem Wassergehalt von etwa 120–150% eingetaucht, wieder entnommen und durch Abquetschen von überschüssiger Behandlungsflotte befreit. Anschließend wurde der Strang 5 Minuten lang bei 102°C gedämpft, mit Wasser gespült und getrocknet. Er zeigte einen Fibrillierungsindex von 1,2. Eine nicht behandelte Naßfaser zeigte nach dem gleichen Dämpfverfahren einen Fibrillierungsindex von 3,4.

[0040] Die Reagensbeladung betrug 3 Gew.-%, bezogen auf Fasergewicht; das Reagens zeigt eine Reaktions-effizienz von 30%, d. h. zu 70% reagierte das Reagens nicht mit der Cellulose, so daß sich auf dem benetzten Strang eine 1 Gew.-%ige Reagensmenge einstellte, bezogen auf Cellulose. Dieses Reagens reagierte zur Hälfte mit der Cellulose, so daß die behandelte Faser etwa 0,5 Gew.-% des umgesetzten Reagens enthielt.

Beispiel 2

[0041] Als farblose Chlortriazinverbindung ist von der Sandoz AG eine Reservepaste zur Anwendung auf natürlichen und synthetischen Polyamidfasern unter der Bezeichnung Sandospace R (Sandospace ist ein Warenzeichen) erhältlich. In 500 g einer Lösung mit 50 g/l Sandospace R-Paste, 20 g/l Natriumhydrogencarbonat und 100 g/l Glaubersalz wurde ein etwa 50 g schwerer Strang aus Lösungsmittel ersponnener Cellulose-Naßfaser mit einem Wassergehalt von etwa 120–150% 8 Minuten lang bei 70°C eingetaucht, wieder entnommen, durch Abquetschen von überschüssiger Behandlungsflotte befreit, mit Wasser abgespült, mit 1 g/l wäßriger Essigsäure neutral gewaschen und getrocknet.

[0042] Der Fibrillierungsindex der behandelten Faser betrug nach der Prüfmethode 3 0,3 und nach der Prüfmethode 4 3,8.

Beispiel 3

[0043] In eine Lösung mit 50 g/l Sandospace R-Paste, 20 g/l Natriumcarbonat, 25 g/l Glaubersalz und 10 g/l Matexil PAL (einem schwachen Oxidationsmittel, Nitrobenzolsulfonsäure, das als Textilhilfsstoff zur Verhinderung der Farbstoffreduktion eingesetzt wird) (Matexil ist ein Warenzeichen der ICI plc) wurde ein 50 g schwerer Strang aus Lösungsmittel ersponnener Cellulose-Trockenfaser eingetaucht, wieder entnommen und durch Abquetschen von überschüssiger Behandlungsflotte befreit. Der benetzte Strang wog 90 g, was einer Flottenaufnahme von 80% entspricht. Der benetzte Strang wurde dann 8 Minuten lang bei 102°C gedämpft, danach mit

0,1 Vol.-%iger wäßriger Essigsäure in der Kälte neutral gewaschen und getrocknet.

[0044] Die behandelte Faser wurde der in Beispiel 2 beschriebenen Behandlung in der Haushaltswaschmaschine unterzogen. Sie zeigte gemäß der Prüfmethode 2 einen Fibrillierungsindex von 0,6.

Beispiel 4

[0045] Aus Lösungsmittel ersponnene Cellulose-Naßfaser wurde mit 50 g/l Sandospace R enthaltenden Lösungen unter verschiedenen Bedingungen behandelt und gemäß den Prüfmethode 2–4 auf Fibrillierneigung untersucht. Nach dem Beklotzen mit der Reagenslösung wurde die benetzte Faser entweder auf 70°C erhitzt oder bei 102°C gedämpft, mit 0,1 Vol.-%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 1 aufgeführt:

Tabelle 1

Ref.	Reagensbad			Zeit	Temp.	Fibrillierungsindex		
	Na ₂ CO ₃	NaHCO ₃	Na ₂ SO ₄			Abko- chen- Bleichen Färben	Kugel lager	Mixer
	g/l	g/l	g/l	min	°C			
Kontrolle	-	-	-	-	-	1,2	1,0	4,65
4A	20	-	-	15	70	1,0	0,0	3,2
4B	10	-	100	6	70	1,2	1,4	3,0
4C	-	20	100	8	70	0,0	0,3	3,5
4D	20	-	100	5	102	0,0	1,1	3,3
4E	20	-	100	10	102	0,2	0,45	2,7
4F	20	-	100	20	102	0,2	1,2	1,1
4G	10	-	75	5	70	0,2	0,9	2,4

[0046] Bei Beispiel 4G wurde die Behandlung vor dem Spülen, Trocknen und der Beurteilung der Fibrillierneigung dreimal durchgeführt.

Beispiel 5

[0047] Aus Lösungsmittel ersponnene Cellulose-Naßfaser wurde mit verschiedene Mengen an Sandospace R, 20 g/l Natriumcarbonat und 100 g/l Natriumsulfat enthaltenden Lösungen beklotzt, bei 102°C gedämpft, mit 0,1 Vol.-%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die behandelte Faser wurde nach der Prüfmethode 4 auf Fibrillierneigung untersucht. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 2 aufgeführt:

Tabelle 2

Ref.	Sandospace R g/l	Dampf min	Fibrillierungsindex (Mixer)
Kontrolle	-	-	5,3
Ref.	Sandospace R g/l	Dampf min	Fibrillierungsindex (Mixer)
5A	50	20	3,1
5B	80	20	3,0
5C	100	20	3,0
5D	100	5	3,0
5E	100	10	1,85

Beispiel 6

[0048] Aus Lösungsmittel ersponnene Cellulose-Trockenfaser wurde mit Sandospace R und andere Komponenten enthaltenden Lösungen beklotzt, bei 102°C gedämpft, mit 0,1 Vol.-%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die behandelte Faser wurde nach den Prüfmethode 2–4 auf ihre Fibrillierneigung untersucht. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt, wobei es sich bei Matexil um Matexil PAL handelt:

Tabelle 3

Ref.	Sando- space R g/l	Andere Komponenten	Fibrillierungsindex		
			Abko- chen-Blei- chen-Fär- ben	Kugellager	Mixer
6A	50	Na ₂ CO ₃ 20 g/l; Matexil 10 g/l	0,0	0,94	3,0
6B	50	Na ₂ CO ₂ 20 g/l	0,0	2,6	3,2
6C	50	Na ₃ PO ₄ 10 g/l; Matexil 10 g/l	0,0	1,38	2,4
6D	50	Na ₃ PO ₄ 10 g/l	0,7	1,8	2,3
6E	50	NaHCO ₃ 5 g/l; Matexil 10 g/l	0,1	0,6	2,2
6F	50	NaHCO ₃ 5 g/l	0,0	0,6	3,8
6G	50	Na ₂ CO ₃ 20 g/l; Na ₂ SO ₄ 25 g/l; Matexil 10 g/l	0,6	0,1	2,1
6H	50	Na ₂ CO ₃ 20 g/l; Na ₂ SO ₄ 25 g/l	0,2	1,2	0,6
6I	80	Na ₂ CO ₃ 20 g/l; Matexil 10 g/l	0,0	1,34	3,2
6J	80	Na ₃ PO ₄ 10 g/l; Matexil 10 g/l	0,0	0,6	3,9
6K	80	Na ₂ CO ₃ 5 g/l; Matexil 10 g/l	0,0	0,2	3,3
6L	80	Na ₂ CO ₃ 20 g/l; Na ₂ SO ₄ 25 g/l	0,3	2,8	2,8

Beispiel 7

[0049] Aus Lösungsmittel ersponnene Cellulose-Naßfaser wurde mit verschiedene Mengen an Sandospace R, calc. Soda und Glaubersalz enthaltenden Lösungen beklotzt, verschieden lang bei 102°C gedämpft, mit 0,1 Vol.-%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die behandelte Faser wurde nach der Prüfmethode 4 auf ihre Fibrillierneigung untersucht. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 4 aufgeführt:

Tabelle 4

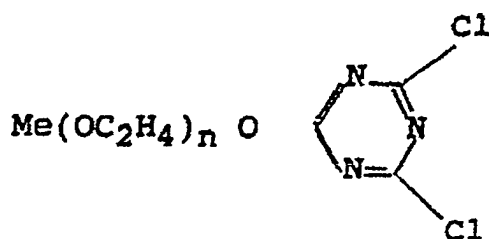
Ref.	Sando space R g/l	Na ₂ CO ₃ g/l	Na ₂ SO ₄ g/l	Dampf min	Fibrillierungs index (Mixer)
Kontrolle	-	-	-	-	5,1
7A	20	0	0	0	2,6
75	20	10	50	5	2,1
7C	20	20	100	10	0,8
7D	50	0	100	5	3,2
75	50	10	0	10	2,4
7F	50	20	50	0	3,3
7G	100	0	50	10	3,2
7H	100	10	100	0	2,0
7I	100	20	0	5	0,9

Beispiel 8

[0050] In 400 ml Tetrahydrofuran wurde 100 g (0,05 mol) Polyethylenglykolmonomethylether mit Molekulargewicht 2000 gelöst und mit 0,05 mol Cyanurchlorid und 0,05 mol Pyridin oder Triethylamin als tertiärem Amin versetzt.

[0051] Nach 2 Stunden bei 30°C wurde das Aminhydrochlorid abfiltriert und das Lösungsmittel abgedampft. Erhalten wurde ein chemisches Reagens mit der Bezeichnung SCIII.

[0052] Vermutlich hat es die folgende chemische Konstitution:



wobei n dem Polymerisationsgrad des Edukts Polyethylenglykolmonomethylether entspricht, und weist somit zwei gegenüber Cellulose reaktive funktionelle Gruppen auf.

[0053] Das Reagens war aufgrund der Polyethylenglykolkette in Wasser löslich. Aus Lösungsmittel ersponnene Cellulose-Naßfaser wurde mit verschiedene Mengen an SCIII und andere Verbindungen enthaltenden Lösungen beklotzt, auf 70°C erhitzt oder bei 102°C gedämpft, mit 0,1 Vol.-%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die behandelte Faser wurde nach den Prüfmethode 2–4 auf ihre Fibrillierneigung untersucht. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 5 aufgeführt, wobei es sich bei Matexil um Matexil PAL handelt:

Tabelle 5

Ref.	Reagensbad		Na_2SO_4	Andere	Zeit	Temp.	Fibrillierungsindex		
	SCIII	Na_2CO_3					Abko- chen- Blei- chen Färben	Kugel lager	Mixer
	g/l	g/l	g/l	Kompo nenten	min	°C			
Kon trolle			-				1,1	3,2	4,6
8A	20	10	100	-	6	70	0,0	3,1	3,5
8B	40	10	100	-	6	70	0,0	2,2	3,2
8C	80	10	100	-	6	70	0,8	1,2	3,2
8D	40	10	100	-	5	102	0,4	2,8	2,8
8E	40	10	100	-	10	102	1,7	2,7	3,4
8F	40	10	100	-	18	102	0,4	0,4	2,9
8G	40	20	100	Matexil 10 g/l	10	102	0,5	2,5	4,5
8H	40	-	-	Na_3PO_4 10 g/l; Matexil 10 g/l	10	102	1,7	0,6	3,0

[0054] Bei den Beispielen 8D–8G wurde vor dem Dämpfen dreimal beklotzt.

Beispiel 9

[0055] Beispiel 8 wurde wiederholt, nur daß diesmal die Fibrillierneigung nur nach der Prüfmethode 4 untersucht wurde. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 6 aufgeführt:

Tabelle 6

Ref.	SCIII g/l	Na ₂ CO ₃ g/l	Na ₂ SO ₄ g/l	Zeit min	Temp. °C	Fibrillierungs index (Mixer)
Kontrolle	-	-	-			5,6
9A	40	20	100	5	102	3,3
93	40	20	100	10	102	2,9
9C	40	20	100	20	102	3,5
9D	40	10	100	5	102	2,5
9E	40	10	100	10	102	2,3
9F	40	10	100	20	102	4,1
9G	40	20	100	20	102	4,3

[0056] Bei Beispiel 9G wurde die Faser vor dem Beklotzen mit der in der Tabelle beschriebenen Behandlungsflotte mit einer 20 g/l calc. Soda enthaltenden wäßrigen Lösung beklotzt.

Beispiel 10 und Vergleichsbeispiele A–C

[0057] Es wurde analog Beispiel 9, aber unter den Bedingungen und mit den Ergebnissen gemäß Tabelle 7 verfahren:

Tabelle 7

Ref.	SCIII g/l	NaHCO ₃ g/l	Na ₂ SO ₄ g/l	Matexil PAL g/l	Zeit min	Temp. °C	Fibrillie rungsindex
10A	100	20	100	10	10	102	0,7
10B	100	20	100	10	-	-	1,6
A	-	20	100	10	10	102	4,7
B	-	20	-	10	10	102	4,8
C	-	-	-	-	10	102	4,1
Kontrolle	-	-	-	-	-	-	4,9

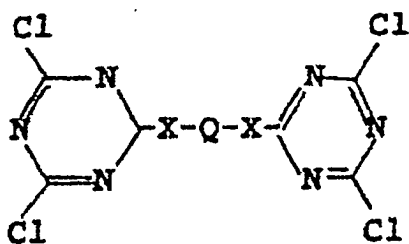
[0058] Die Ergebnisse der Vergleichsbeispiele A–C zeigen, daß die größte Verbesserung bei der Fibrillierung auf die Verwendung des chemischen Reagens SCIII und nicht etwa auf irgendein anderes Element der Behandlung zurückzuführen ist.

Beispiel 11

[0059] Cyanurchlorid wurde mit verschiedenen Substanzen zu chemischen Reagenzien mit vier gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen angesetzt. Die Bezeichnungen der chemischen Reagenzien und die Namen der mit Cyanurchlorid umgesetzten Substanzen sind nachstehend aufgeführt:

SCV	Jeffamine ED2001 (Texaco Inc.) – H ₂ N(C ₂ H ₅ O) _n NH ₂
SCVI	Polyethylenglykol, Molekulargewicht 5000
SCVII	Polyethylenglykol, Molekulargewicht 2000

[0060] Die Umsetzungen wurden nach der allgemeinen Vorschrift von Beispiel 8 durchgeführt, jedoch mit der Abwandlung, daß je mol Substanz 2 mol Cyanurchlorid und 2 mol tertiäres Amin eingesetzt wurden. Die Herstellung von SCV wurde bei 0°C durchgeführt. Diese Reagenzien besitzen vermutlich die folgende chemische Konstitution:



wobei x für NH oder O, Q für $(C_2H_4O)_n C_2H_4$ und n für eine ganze Zahl, entsprechend dem Polymerisationsgrad des Edukts, steht. Diese Reagenzien enthielten somit jeweils zwei über eine aliphatische Kette verknüpfte sym-Triazinringe, die jeweils zwei gegenüber Cellulose reaktive funktionelle Gruppen trugen. Alle Reagenzien enthielten eine Polyethylenglykolkette und waren in Wasser löslich.

[0061] Aus Lösungsmittel ersponnenes Cellulose-Naßkabel wurde mit 100 g/l Natriumsulfat und 10 g/l Matexil PAL enthaltenden alkalisch-wässrigen Lösungen dieser Reagenzien beklotzt, 10 Minuten lang gedämpft, mit 0,1%iger wässriger Essigsäure abgespült und getrocknet.

[0062] Die Fibrillierneigung wurde nach der Prüfmethode 4 (Mixer) beurteilt. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 8 aufgeführt, wobei eine Kontrollprobe einen Fibrillierungsindex von 4,0 zeigte

Tabelle 8

Reagens g/l	NaOH g/l	Na_2CO_3 g/l	$NaHCO_3$ g/l	SCV g/l	SCVI g/l	SCVII g/l
100	-	10	-	2,7	2,4	4,9
150	-	10	-	3,2	2,9	3,3
100	-	20	-	3,7	2,9	3,3
150	-	20	-	2,4	3,8	3,7
100	-	-	20	0,65	1,0	1,7
150	-	-	20	2,8	3,4	3,7
100	10	-	-	2,5	3,9	3,9
150	10	-	-	3,2	4,7	3,3

Beispiel 12

[0063] Aus Lösungsmittel ersponnenes Cellulose-Naßkabel wurde mit einer 100 g/l des Reagens SCV, 20 g/l Natriumhydrogencarbonat, 100 g/l Natriumsulfat und 10 g/l Matexil PAL enthaltenden wässrigen Lösung behandelt, 10 Minuten lang gedämpft, mit 0,1%iger wässriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die Fibrillierneigung wurde nach der Prüfmethode 4 (Mixer) beurteilt.

[0064] Diese Verfahrensweise wurde mit den in Tabelle 9 aufgeführten Varianten wiederholt:

Tabelle 9

Variante	Fibrillierungsindex
Kontrolle	4,9
Ohne Dämpfen	0,2
Dämpfen 1 min	0,2
Dämpfen 5 min	0,1
Dämpfen 10 min	0,4, 0,5
Kabel erhitzen, bei 50°C beklotzen, 1 m dämpfen	0,1
50 g/l SCV	3,3
200 g/l SCV	0,1
5 g/l $NaHCO_3$	2,1
10 g/l $NaHCO_3$	2,4
160 g/l SCV, 10 g/l Na_2CO_3 ,	1,9
Dämpfen 20 min	
160 g/l SCV, 10 g/l Na_2CO_3 , Trocknen,	3,6
Dämpfen 20 min	

Beispiel 13

[0065] Aus Lösungsmittel ersponnenes Cellulose-Naßkabel wurde mit einer 100 g/l des Reagens SCV, 20 g/l Natriumhydrogencarbonat, 100 g/l Natriumsulfat und 10 g/l Matexil PAL enthaltenden wäßrigen Lösung behandelt, unter verschiedenen Bedingungen gedämpft oder erhitzt, mit 0,1%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die Fibrillierneigung wurde nach der Prüfmethode 4 (Mixer) beurteilt. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 10 aufgeführt:

Tabelle 10

Dämpfbedingungen Temperatur °C	Luftfeuchtigkeit °C	Zeit min	Fibrillierungsindex
Kontrolle			5,5
-	-	-	2,7
100	Trockenhitze	10	3,7
100	Trockenhitze	20	2,0
120	20	10	0,3
120	30	10	0,4
120	40	10	0,1
100	98	10	0,2
110	98	10	0,1
120	98	10	0,3
140	98	10	0,2

Beispiel 14

[0066] Es wurde analog Beispiel 13 verfahren, außer daß diesmal nur 50 g/l des Reagens SCV eingesetzt wurde. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 11 aufgeführt:

Tabelle 11

Dämpfbedingungen Temperatur °C	Luftfeuchtigkeit °C	Zeit min	Fibrillierungsindex
Kontrolle			4,8
100	98	5	3,3
120	40	5	0,3
120	98	5	3,4
140	98	5	2,5

Beispiel 15

[0067] Cyanurchlorid wurde mit einer äquimolaren Menge N-Methyltaurin zu einem chemischen Reagens mit zwei gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen und einer ionischen löslichmachenden Gruppe umgesetzt, nämlich zu 2-Dichlortriazinylamino-2-methylethansulfonsäure.

[0068] Aus Lösungsmittel ersponnenes Cellulose-Naßkabel wurde mit einer 50 g/l dieses Reagens, 20 g/l Natriumhydrogencarbonat und 10 g/l Matexil PAL enthaltenden wäßrigen Lösung behandelt, 10 Minuten lang gedämpft, mit 0,1%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Die Fibrillierneigung wurde nach der Prüfmethode 4 (Mixer) zu einem Fibrillierungsindex von 0,2 bestimmt.

[0069] Aus Lösungsmittel ersponnenes Cellulose-Naßkabel wurde mit einer 40 g/l dieses Reagens, 10 g/l Natriumhydrogencarbonat, 100 g/l Natriumsulfat enthaltenden wäßrigen Lösung behandelt, 20 Minuten lang gedämpft, mit 0,1%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Der Fibrillierungsindex betrug 1,3.

[0070] Eine Kontrollprobe zeigte einen Fibrillierungsindex von 4,85.

Beispiel 16

[0071] Aus Lösungsmittel ersponnenes Cellulose-Naßkabel wurde zunächst mit einer wäßrigen Natriumhydrogencarbonatlösung und dann mit einer 100 g/l des Reagens SCVI, verschiedene Mengen an Natriumhydrogencarbonat und 10 g/l Matexil PAL enthaltenden wäßrigen Lösung behandelt, 5 Minuten lang gedämpft, mit

0,1%iger wäßriger Essigsäure abgespült und getrocknet. Diese Vorbehandlung mit Alkali ist zwar für Reaktivfarbstoffe als Vorschärfen bekannt, ihre Rolle bei der Verringerung der Fibrillierneigung wurde aber bisher nicht erkannt. Die Fibrillierneigung wurde nach der Prüfmethode 4 (Mixer) beurteilt. Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse sind in Tabelle 12 aufgeführt:

Tabelle 12

Badkonzentration Natriumhydrogencarbonat (g/l)		Fibrillierungsindex
Vorschärfen	Applizieren	
Kontrolle		4,8
20	0	0,1
5	15	3,9
10	10	1,7
10	20	3,9
0	20	0,3

[0072] Die folgenden Beispiele erläutern den Einsatz von farbigen chemischen Reagenzien (Farbstoffen) im erfindungsgemäßen Verfahren.

Beispiel 17

[0073] In einer ersten Reihe von Versuchen mit Farbstoffen wurde aus Lösungsmittel ersponnene Cellulosestapelfaser gefärbt, nach herkömmlichen Spinnverfahren zu Garn verarbeitet und daraus ein Gewebe zur Beurteilung der fibrillierungsbezogenen Wirkung verschiedener Farbstoffe hergestellt.

[0074] Im einzelnen wurde bei der Färbung der Faserprobe wie folgt verfahren:

Vor dem Färben wurde die Faser jeweils wie folgt vorbehandelt:

In einem Zylinder aus rostfreiem Stahl mit einer Länge von etwa 25 cm, einem Durchmesser von 4 cm und einem Fassungsvermögen von etwa 250 ml wurden 2 g Faser vorgelegt und bei jedem Behandlungsschritt mit jeweils 50 ml Lösung versetzt.

[0075] Die Faser wurde zunächst abgekocht, um die Spinnpräparierung zu entfernen. Nach Zusatz einer herkömmlichen 94°C heißen Abkochlösung aus einem anionischen Detergens und Na_2CO_3 wurde ein Schraubverschluß aufgesetzt und der verschlossene Zylinder 45 Minuten lang mit etwa 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht.

[0076] Nach Abtrennung der Abkochlösung wurden die Fasern in Wasser gewaschen und 1 Stunde lang bei 95°C gebleicht. Dazu wurde, der Zylinder wiederum verschlossen und 40 Minuten lang mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht.

[0077] Die eingesetzte Bleichlösung enthielt:

7,5 ml/l 35%iger H_2O_2

1 g/l Natriumhydroxid, fest

1 g/l eines Peroxid stabilisierenden und Schwermetall sequestrierenden Mittels ("Contovan SNF" von CHT Products Limited)

[0078] Nach dem Bleichen wurden die Fasern gewaschen und mit den unten aufgeführten Farbstoffen gefärbt. Mit aufgeführt ist das jeweilige Färbeverfahren.

Tabelle I: Verwendete Farbstoffe

Farbstoff	Colour Index	Reaktive Gruppe(n)
Procion Red MX-5B	Reaktiv Rot 2	Dichlortriazin
Drimarene Red K-4BL	Reaktiv Rot 147	Fluorchlorpyrimidin
Sumifix Supra Red 3BF	Reaktiv Rot 195	Vinylsulfon/Monochlortriazin
Procion Red H8BN	Reaktiv Rot 58	Monochlortriazin
Solar Red BA	Direkt Rot 80	Keine

(Procion ist ein Warenzeichen der ICI plc. Drimarene und Solar sind Warenzeichen der Sandoz Ltd. Sumifix ist ein Warenzeichen der Sumitomo Corporation.)

[0079] Das jeweils zum Färben der Faser angewendete Verfahren wurde danach ausgewählt, ob die Fasern mit den Reaktivfarbstoffen oder dem Direktfarbstoff gefärbt werden sollten. Bei den Reaktivfarbstoffen wurde der das Gewebe enthaltende Zylinder aus rostfreiem Stahl teilweise mit einer Farbstofflösung bei einer Temperatur im Bereich von 25 bis 30°C gefüllt. Dabei enthielt das Bad 4 Gew.-% Farbstoff (bezogen auf das eingesetzte Gewicht an Trockenfaser). Der Zylinder wurde dann verschlossen und 10 Minuten lang mit etwa 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht. Dann wurde der Zylinder angehalten, aufgeschraubt und mit 50 bis 80 g/l Natriumchlorid versetzt.

[0080] Der Zylinder wurde wieder verschlossen und 10 Minuten lang mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht. Der Deckel auf dem Zylinder wurde gelockert und der Zylinder mit 2°C pro Minute auf die Färbetemperatur erhitzt. Bei dem Farbstoff Procion MX wurde die Temperatur auf 30°C, bei Drimaren K auf 40°C, bei Procion H auf 80°C und bei Sumifix Supra auf 60°C erhöht. Nach Erreichen der angegebenen Temperatur wurde die in dem Zylinder enthaltene Lösung mit 5 bis 20 g/l Natriumcarbonat versetzt und der Zylinder wieder zugeschraubt. Anschließend wurde der Zylinder 60 Minuten lang mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht. Die Faser wurde dann dem Zylinder entnommen und in klarem Wasser gespült. Die Faser wurde dann wieder in den Zylinder eingegeben und bei 95°C 15 Minuten lang mit einem anionischen Detergens gewaschen. Dazu wurden 2 g/l anionisches Detergens eingesetzt. Nach der Behandlung mit dem Detergens wurde die Faser mit fließendem Wasser bis zum klaren Ablauf gespült.

[0081] Bei dem Direktfarbstoff wurde der Zylinder mit einer 4 Gew.-% Farbstoff, bezogen auf das Gewicht der Trockenfaser, enthaltenden Farbstofflösung bei einer Temperatur von 40°C gefüllt. Nach Zugabe der Faser wurde der Zylinder verschlossen und 10 Minuten lang mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht.

[0082] Dann wurde der Zylinderdeckel gelöst und mit 2°C pro Minute auf 95° erhitzt. Der Zylinder wurde wieder verschlossen, 10 Minuten lang mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht und anschließend mit 20 g/l Natriumchlorid versetzt. Nach dem Wiederverschließen wurde der Zylinder wiederum 60 Minuten lang mit 60 Drehungen pro Minute über Kopf gedreht.

[0083] Die Faser wurde dann entnommen und einfach mit Wasser bis zum klaren Ablauf gespült.

[0084] Nach dem Färben und Waschen wurden die Fasern getrocknet. Anschließend wurden sie hinsichtlich Fibrillierungsgrad, Feinheitsefestigkeit, Dehnung und Wasseraufnahmevermögen (WAV) bewertet. Dabei wurde die Feinheitsefestigkeit in Zentnewton/Tex und die Dehnung in Prozent mit üblicher Apparatur bestimmt, wobei die Messungen wiederum an mehreren Proben (normalerweise zehn) vorgenommen, wurden und die Meßwerte gemittelt wurden.

Tabelle II Ergebnisse

Farbstoff	Feinheitsefestigkeit cN/tex	Dehnung %	WAV %	Fibrillierungsindex
Procion Red MX-5B	41,4	13,3	63,8	1,2
Drimaren Red K-4BL	41,8	14,0	63,5	0,9
Sumifix Supra Red 3BF	40,6	13,4	65,1	1,8
Procion Red H8BN	42,0	13,6	66,0	2,7
Solar Red BA	41,7	14,1	66,4	3,0
Ungefärbte Kontrolle	40–42	13–15	63–65	3

[0085] Die Behandlung der Kontrollprobe erfolgte unter den oben für Direkt Rot 80 beschriebenen Bedingungen, allerdings ohne jeglichen Farbstoff im Färbabad.

[0086] Aus Tabelle I ist ersichtlich, daß es sich bei drei der Reaktivfarbstoffe, nämlich Procion Red MX-5B, Drimaren Red K-4BL und Sumifix Supra Red 3BF um Doppelankerreaktivfarbstoffe handelt, d. h. diese drei Farbstoffe enthalten jeweils zwei gegenüber Cellulose reaktive funktionelle Gruppen. Bei dem Farbstoff Procion Red KX-5B stehen zwei Chloratome am Triazinring. Bei dem Farbstoff Drimaren Red stehen ein Fluoratom und ein Chloratom am Pyrimidinring. Bei dem Farbstoff Sumifix Supra Red stehen ein Chloratom und eine Vinylsulfongruppe am Triazinring. Diese drei Proben wurden daher nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt. Der Farbstoff Procion Red H8BN enthält jedoch nur eine einzige reaktive funktionelle Gruppe, nämlich ein einziges Chloratom am Triazinring. Der Direktfarbstoff Solar Red BA enthält natürlich überhaupt keine reaktive funktionelle Gruppe. Diese beiden Proben wurden daher nicht nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt.

[0087] Bei den Angaben der Tabelle II zeigt der Vergleich mit der ungefärbten Kontrollfaser, daß bei allen fünf Farbstoffen die Färbung nur einen sehr geringen Einfluß auf die Feinheitsfestigkeit, die Dehnung oder das Wasseraufnahmevermögen der Faser hatte. Betrachtet man jedoch die Wirkung der Farbstoffe auf die Fibrilliereigenschaften der Faser, so sieht man, daß die Färbung mit dem Direktfarbstoff gegenüber der ungefärbten Faser im wesentlichen überhaupt keine Verringerung der Fibrilliereignung bewirkte. Auch der nur eine einzige Ankergruppe enthaltende Farbstoff des Typs Reaktiv Rot 58, nämlich Procion Red H8BN, hatte nur eine sehr geringe Wirkung auf die Fibrilliereignung der Faser. Demgegenüber bewirkten die drei Doppelankerreaktivfarbstoffe, nämlich Reaktiv Rot 2 (Procion Red MX-5B), Reaktiv Rot 147 (Drimaren Red K-4BL) und Reaktiv Rot 195 (Sumifix Supra Red 3BF), sämtlich deutliche Verbesserungen bei der Fibrillierresistenz der Faser. Dabei ergaben sich diese Verbesserungen wie oben erwähnt ohne nennenswerten Einfluß auf die anderen gemessenen Fasereigenschaften.

Beispiel 18

[0088] Aus Lösungsmittel ersponnene Cellulosefaser läßt sich nicht nur in Faserform, entweder als Trocken- oder Naßfaser, färben, sondern kann auch zu Garn versponnen, in ein Flächengebilde überführt und dann in der Fläche gefärbt werden. Es ist aber auch möglich, das Garn in Garnform zu färben.

[0089] Die folgenden Färbeversuche wurden an ungefärbten Flächengebilden durchgeführt.

Tabelle III Verwendete Farbstoffe

Farbstoff	Colour Index	Reaktive Gruppe(n)
Procion Blue MX-R	Reaktiv Blau 4	Dichlortriazin
Drimaren Blue K-BL	Reaktiv Blau 114	Fluorchlorpyrimidin
Procion Blue H-4R	Reaktiv Blau 74	Monochlortriazin
Solophenyl Blue A-GFL	Direkt Blau 212	Keine

[0090] Nachdem die Flächengebilde nach dem gleichen Verfahren wie für die entsprechenden Rotfarbstoffe gemäß Beispiel 17 gefärbt wurden, wurden sie fünfmal bei 60°C in einer Haushaltswaschmaschine gewaschen und danach jeweils in einem Trockenautomaten getrocknet. Bei der anschließenden Bewertung des Fibrillierungsgrades wurden die Proben wie folgt eingestuft:

Drimarene	Blue K-BL	– Keine Fibrillierung
Procion	Blue MX-R	– Keine Fibrillierung
Procion	Blue H-4R	– Starke Fibrillierung
Solophenyl	Blue A-GFL	– Starke Fibrillierung

[0091] Da die Proben in Flächen- und nicht in Faserform vorlagen, war es nicht möglich, Fibrillierungsindexe für das Material zu bestimmen. Die beiden mit Doppelankerreaktivfarbstoffen, nämlich Drimarene Blue K-BL und Procion Blue MX-R, gefärbten Proben zeigten jedoch keine Fibrillierung. Die mit einem Einzelankerreaktivfarbstoff, nämlich Procion Blue H-4R, gefärbte Probe zeigte den für ein stark fibrilliertes Material typischen Grauschleier. Auch die mit dem Direktfarbstoff Solophenyl Blue A-GFL gefärbte Probe war stark fibrilliert.

Beispiel 19

[0092] In einer weiteren Versuchsreihe wurden mit den gleichen Farbstoffen und Bedingungen wie in Beispiel

18 Celluloseaßfasern gefärbt. Die Ergebnisse hinsichtlich Feinheitsfestigkeit, Dehnung, Wasseraufnahmevermögen (WAV) und Fibrillierungsindex sind in Tabelle IV aufgeführt.

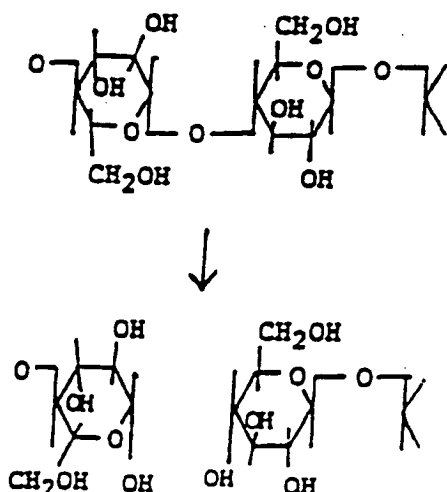
Tabelle IV Ergebnisse

Farbstoff	Feinheits-Festigkeit cN/tex	Dehnung %	WAV %	Fibrillierungsindex
Reaktiv Blau 4	41,1	13,1	64,3	1,3
Reaktiv Blau 114	39,9	13,3	65,1	0,8
Reaktiv Blau 74	40,7	13,9	63,8	2,4
Direkt Blau 212	42,0	13,8	65,7	2,9

[0093] Man sieht wiederum, daß die beiden mit den Doppelankerreaktivfarbstoffen Reaktiv Blau 4 und Reaktiv Blau 114 gefärbten Proben nur sehr gering fibrilliert waren. Die mit dem Einzelankerreaktivfarbstoff Reaktiv Blau 74 gefärbte Faser sowie die mit dem Direktfarbstoff Direkt Blau 212 gefärbte Faser zeigten sich jeweils stark fibrilliert. Bei den Zugfestigkeitseigenschaften oder dem Wasseraufnahmevermögen ergaben sich keine nennenswerten Unterschiede.

[0094] Zur weiteren Verbesserung der optischen und haptischen Eigenschaften des Flächengebildes kann man es wie nachfolgend dargestellt mit Cellulaseenzymen behandeln.

[0095] Cellulaseenzyme spalten die beta-1,4-Glycosidbindung in der Cellulose und wandeln sie in lösliche Glucose um.



[0096] Infolge dieser hydrolytischen Wirkung werden die Fläche infolge des Verlusts von Oberflächenfaser glatt und der Griff weicher. Diese hydrolytische Wirkung führt aber auch zu einer Beeinträchtigung der Faserfestigkeit.

[0097] Cellulaseenzyme erwiesen sich für Gewebe aus aus Lösungsmittel ersponnener Cellulose als sehr wirksam zur Entfernung von beim Färben aufgetretener Fibrillierung.

[0098] An stark fibrilliertem Gewebe aus aus Lösungsmittel ersponnener Cellulose wurde eine Reihe von Cellulaseenzymen geprüft. Die Wirksamkeit jedes Enzyms wurde durch Ausführung einer Farbdifferenzmessung vor und nach der Behandlung numerisch bestimmt. Je höher die gesamte Farbdifferenz (DE), desto wirksamer ist die Behandlung infolge der Entfernung der anscheinend weißen Oberflächenfibrillen.

[0099] Das System eignet sich hervorragend zur Anwendung auf ein diskontinuierliches System, da die mechanische Bewegung einer Haspel- oder Jetmaschine im Hinblick auf die Entfernung von losen Fasern vorteilhaft ist.

Tabelle A

Standardverfahren:

x Gew.-% Cellulase
 0,75 g/l Rucogen SAS (nichtionisches Detergens)
 pH wie gefordert eingestellt
 60 Minuten bei 55–60°C

Enzym	pH	Max. Konz.	DE	Hersteller
Cytolase 123	4,8	1,5%	1,4	Genencor
Rucolase CEL	4,8	1,0%	1,3	Rudolf
Celluclast	4,8	1,0%	1,0	Novo

[0100] Alle obigen Enzyme werden durch Säure aktiviert. Bei den angegebenen maximalen Konzentrationen handelt es sich um den maximalen Gewichtsprozentanteil an Enzym, der eingesetzt werden könnte, ohne einen Festigkeitsverlust von über 10% zu verursachen. Bei hoher Enzymkonzentration und längeren Behandlungszeiten können Festigkeitsverluste von bis zu 30% auftreten, die das Gewebe jedoch für viele Anwendungszwecke unannehmbar schwächen.

[0101] Außerdem wurden auch noch zwei neutral aktivierte Systeme bewertet. Diese weisen den Vorteil auf, daß die Festigkeitsverluste selbst bei hohen Cellulaseenzym-Konzentrationen sehr gering sind (unter 5%), jedoch verringert sich die Wirksamkeit im Hinblick auf die Entfernung von Fibrillierung.

Enzym	Konz. (Gew.-%)	DE	Hersteller
Deltazyme	3%	0,9	Rexodan
Enzym	Konz. (Gew.-%)	DE	Hersteller
Denimax	3%	0,85	Nova

[0102] Durch diese Versuche ergaben sich die folgenden Verfahrenscharakteristika:

- i) Durch Säure aktivierte Enzyme zeigen eine viel höhere Aktivität als ihre neutralen Gegenstücke.
- ii) Konzentrationen und Zeiträume sollten sorgfältig gesteuert werden, um übermäßige Festigkeitsverluste zu vermeiden.
- iii) Jedes Gewebe wird mehr oder weniger stark beeinflusst; man sollte Vorversuche zur Bestimmung desjenigen Ausmaßes des Faserverlusts durchführen, das ein glatteres, weiches Produkt bei noch ausreichender Festigkeit ergibt.
- iv) Durch die Einarbeitung eines nichtionischen Detergens wird die Wirkung unterstützt.

[0103] Die Enzymbehandlung erfolgt bevorzugt als separater Schritt, was die Steuerung des pH-Werts, der Zeit und der Temperatur vereinfacht.

[0104] Die Cellulaseenzymbehandlung kann auch erfolgen, wenn das aus Lösungsmittel ersponnene Material nicht gefärbt oder auch nicht mit einem zwei bis sechs gegenüber Cellulose reaktive funktionelle Gruppen pro Molekül enthaltenden chemischen Reagens behandelt worden ist.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung einer aus Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefaser zur Verringerung deren Neigung zum Fibrillieren, **dadurch gekennzeichnet**, daß man auf die aus Lösungsmittel ersponnene Cellulosefaser ein im wesentlichen farbloses chemisches Reagens mit zwei bis sechs gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen aus einem wäßrigen System aufbringt und damit unter alkalischen Bedingungen umsetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß das chemische Reagens mindestens einen Ring mit mindestens zwei daran gebundenen gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen enthält.

3. Verfahren nach Anspruch 2, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß das chemische Reagens einen Ring mit zwei oder drei daran gebundenen gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen enthält.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 und 3, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem Ring jeweils um einen Polyazinring handelt.
5. Verfahren nach Anspruch 4, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man den Ring jeweils unter Pyridazin-, Pyrimidin- und sym-Triazinringen auswählt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 und 5, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei mindestens einer der gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen um ein direkt am Ring stehendes Fluor-, Chlor- oder Bromatom handelt.
7. Verfahren nach Anspruch 6, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß das chemische Reagens eine Dichlortriazinyl-, Trichlorpyrimidinyl-, Chlordifluorpyrimidinyl-, Dichlorpyrimidinyl-, Dichlorpyridazinyl-, Dichlorpyridazinonyl-, Dichlorchinoxaliny- oder Dichlorphthalazinylgruppe enthält.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 5, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei mindestens einer der gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen um eine Vinylsulfongruppe oder deren Vorläufer handelt.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß das chemische Reagens eine wasserlöslichmachende Gruppe enthält.
10. Verfahren nach Anspruch 9, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei der wasserlöslichmachenden Gruppe um eine Sulfonsäuregruppe oder um eine oligomere Polyethylenglykol- oder Polypropylynglykolkette handelt.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man das chemische Reagens in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-% auf die Faser aufbringt.
12. Verfahren nach Anspruch 11, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man das chemische Reagens in einer Menge von 0,2 bis 5 Gew.-% auf die Faser aufbringt.
13. Verfahren nach Anspruch 12, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man das chemische Reagens in einer Menge von 0,2 bis 2 Gew.-% auf die Faser aufbringt.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man das chemische Reagens in wäßriger Lösung auf die Faser aufbringt.
15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man die Naßfaser nach der Reaktion mit dem chemischen Reagens zunächst trocknet und anschließend mit einem herkömmlichen Farbstoff für Cellulose färbt.
16. Verfahren nach Anspruch 14, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man die Faser nach dem Aufbringen der Lösung des chemischen Reagens ohne Zwischentrocknung mit einem herkömmlichen Farbstoff für Cellulose färbt.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man die wäßrige Lösung des chemischen Reagens unter schwach alkalischen Bedingungen auf die Faser aufbringt.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man vor der Behandlung mit der Lösung des chemischen Reagens eine schwach alkalische wäßrige Lösung auf die Faser aufbringt.
19. Verfahren nach Anspruch 18, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung des chemischen Reagens keinen Zusatz von Alkali enthält.
20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man die Faser nach dem Aufbringen des chemischen Reagens so erhitzt, daß eine weitgehende Umsetzung zwischen Cellulose und gegenüber Cellulose reaktiven funktionellen Gruppen stattfindet.
21. Verfahren nach Anspruch 20, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man die Faser mit Dampf erhitzt.

22. Verfahren nach Anspruch 21, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man die Faser 4 Sekunden bis 20 Minuten lang mit Dampf von einer Temperatur von 100 bis 110°C erhitzt.

23. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, weiterhin dadurch gekennzeichnet, daß man die behandelte Faser anschließend mit einer wäßrigen Lösung eines Cellulaseenzyms behandelt.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen