
Octrooiraad



Nederland

⑩ A Terinzagelegging ⑪ 8101316

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het aanverven van textiel.**
- ⑤1 Int.Cl.³: D06P 3/06.
- ⑦1 Aanvrager: Snia Viscosa Societa Nazionale Industria Applicazioni Viscosa S.p.A. te Milaan, Italië.
- ⑦4 Gem.: Ir. C.M.R. Davidson c.s.
Octrooibureau Vriesendorp & Gaade
Dr. Kuiperstraat 6
2514 BB 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8101316.
- ②2 Ingediend 18 maart 1981.
- ③2 Voorrang vanaf 19 maart 1980.
- ③3 Land van voorrang: Italië (IT).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 2078280 .
- ⑥2 - -

-
- ④3 Ter inzage gelegd 16 oktober 1981.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Werkwijze voor het aanverven van textiel.

Deze uitvinding betreft een werkwijze voor het verven van textiel dat geheel of grotendeels uit polyamiden bestaat, en in het bijzonder uit snel aanvervende polyamiden.

In het bijzonder wordt hierbij verwezen naar
5 polyamide-6 (of "nylon-6", polycarbonamide), maar de uitvinding is ook toepasbaar op andere polyamiden zoals nylon-66 (polyhexamethyleenadipamide). Wat onder "snel aanvervende polyamiden" verstaan wordt zal hierna nog uitgelegd worden.

Zoals bekend is voor het goed aanverven van
10 textiel-materialen nodig dat de verschijnselen die bij het aanverven optreden, zoals het opnemen van de kleurstof en de verplaatsing daarvan over en door de vezels van het materiaal, op optimale wijze plaats vinden. Deze verschijnselen worden door velerlei varianten beïnvloed, zoals de aard van het te verven materiaal,
15 de samenstelling van het kleurbad (zowel wat de kleurstof als wat de andere daarin aanwezige stoffen betreft), het temperatuurschema van het aanverven, de duur van de verschillende fasen daarin, enz. Natuurlijk zal het theoretisch mogelijk zijn een goed aanverven te bereiken door alle ter zake doende factoren op ieder
20 ogenblik van de werkwijze te controleren. Maar het is natuurlijk onmogelijk dat op technische schaal te doen, omdat het dan op ieder ogenblik nodig zou zijn een serie factoren met precisie en gevoeligheid onder controle te houden, wat het invoeren van een andere werkwijze voor ieder nieuw geval met zich zou meebrengen
25 en de gedetailleerde beheersing van ieder procesonderdeel daarvan. Het is daarom nodig een werkwijze aan te nemen die zo algemeen toepasbaar mogelijk is, waarmee men zonder opmerkelijke variatie de meest uiteenlopende textielmaterialen kan verven.

Voor polyamiden, in het bijzonder voor mat-
30 ten en tapijten van polyamide waarop de uitvinding bijzonder (maar niet uitsluitend) toepasbaar is leert de bestaande techniek ons dat het mogelijk is uit te gaan van een algemene werkwijze, die hieruit bestaat dat men het bad tot hoge temperaturen (zo van

de orde van 100°C) verhit omdat het voldoende lang aanhouden van deze hoge temperatuur uiteindelijk alle onregelmatigheden die tussentijds opgetreden kunnen zijn, uitvlakt. Als dus in een bepaalde fase verschillende kleurstoffen van een kleur-mengsel met verschillende snelheid door de vezel opgenomen worden of zich daardoor verplaatsen, vereffent de hoge temperatuur hun opname en verplaatsing uiteindelijk wel, althans als kleurstoffen gebruikt worden die onderling voldoende verenigbaar zijn. Maar dit aanverven bij hoge temperaturen, dat normaliter toegepast wordt, heeft algemene bezwaren, en bij snel aanvervende textielmaterialen ook nog bijzondere bezwaren.

Algemene bezwaren zijn enerzijds een hoog warmteverbruik en anderzijds fouten in de geverfde waar, vooral indien de stukken afzonderlijk in een klopper geverfd worden. Bij die werkwijze (die overwegend, zij het niet uitsluitend toegepast wordt, en waarmee in de verdere beschrijving vergeleken zal worden) wordt het karpel in het verfbad in beweging gehouden door middel van een klopper die met een hoge, bepaalde snelheid ronddraait. Het karpel wordt met een aantal vouwen in het bad gebracht, wat tot vouwtekens leidt, mede doordat deze behandeling in water en bij hoge temperaturen gebeurt, hetgeen de vakman wel weet.

Een ander bezwaar van het verven bij hoge temperatuur is de lange duur van de verfcyclus, bestaande uit een langzaam opwarmen tot 100°C, een meer of minder lang verblijf op 100°C en een langzaam afkoelen tot 60°C. Bovendien is gevonden dat bij snel aanvervende polyamiden de stukken ook nog ongelijkmatig aangeverfd kunnen worden.

Werkwijzen bij lage temperatuur zijn ook bekend, maar geen daarvan is bevredigend gebleken. Gevonden werd dat het weglaten van hoge temperaturen tot ongelijkmatigheid in absorptie en doorgeven van de kleurstoffen leidt, en tot een onvoldoende benutting daarvan (oftewel "lage graad van aanverven") wat men tevergeefs getracht heeft te bestrijden door chemicaliën als verfhulpstoffen aan het kleurbad toe te voegen. Met name is in Chemiefaser/Textielindustrie van maart 1979, blz. E32 en E33

voorgesteld ammoniumthiocyanaat samen met decanol als bevochtiger toe te voegen, maar de resultaten zijn niet bevredigend, en bovendien is ammoniumthiocyanaat enigszins gevaarlijk doordat het giftig is en dus voor de werkers en voor het milieu een bezwaar, terwijl het decanol een hardnekkige geur in de geverfde
5 waar achterlaat. Bij andere werkwijzen met lage temperaturen worden in de verschillende fasen uiteenlopende kleurstoffen met uiteenlopende maten van verplaatsbaarheid toegepast, maar zoals reeds gezegd is is het van uit ieder standpunt ongewenst tijdens
10 het verven de samenstelling van het kleurbad te veranderen.

Deze uitvinding beoogt een werkwijze waarmee alle bezwaren van het verven bij hoge temperatuur weggenomen worden, zowel de algemene bezwaren als die die speciaal voor
15 snel aanvervende polyamiden gelden, maar waarbij ook geen veranderingen van het kleurbad tijdens de werkwijze nodig zijn; men hoeft alleen een bepaald temperatuurschema aan te houden. De nu uitgevonden werkwijze is vooral goed toepasbaar in apparatuur met kloppers e.d., en verder in het algemeen met alle andere apparatuur, ongeacht de mechaniek daarin.

20 Met "snel aanvervende polyamiden" worden in deze beschrijving polyamiden bedoeld die bij de hierna beschreven proef een bijna volledige uitputting van het kleurbad veroorzaken.

Men maakt een bad van C.I. zuur blauw 280
25 in de standaard 1/1-intensiteit aan (bijvoorbeeld 2 % Blauw Nylosan N-5GL 200 % van de firma Sandoz) in op pH = 6 gebufferd water (bijvoorbeeld per liter 2,5 g NaH_2PO_4 en 0,5 g Na_2HPO_4). Per 5 g vezels gebruikt men 300 ml kleurbad, dus in een badverhouding van 1:60. Het te verven materiaal wordt in het op 20°C ver-
30 kerende bad gedompeld en onder constant roeren blijft het daar 10 minuten op. Dan wordt het verfbad langzaam en gelijkmatig over 40 minuten tot 60°C verwarmd, en blijft het 60 minuten op de constante temperatuur van 60°C.

Alle vezels die bij een dergelijk aanverven
35 het kleurbad bijna volledig uitputten, d.w.z. dat de concentratie aan kleurstof na afloop niet meer dan 10 % van de beginconcentratie is, worden "snel aanvervend" genoemd. Polycapronamide

oftewel nylon-6, dat in de techniek veel gebruikt wordt voor het maken van karpetten en tapijten, is een snel aanvervend polyamide.

De werkwijze volgens de uitvinding leidt
5 ook tot een volledige uitputting van het kleurbad en tot een uniforme verplaatsing van de kleurstoffen door en over de vezels, zodat gelijkmatig aanverven bereikt wordt. Verder is de werkwijze volgens de uitvinding toepasbaar met apparatuur die gemakkelijk verkrijgbaar en algemeen gebruikt wordt, en met een naar
10 kostprijs laag verbruik aan chemicaliën, welke dus economisch voordelig is.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt
gekenmerkt doordat een oplossing van een zure kleurstof gebruikt wordt, waaraan een combinatie van reagentia toegevoegd wordt
15 (bij voorkeur in de kou) die het bad aanvankelijk een hoge pH geven, waarbij de pH door verwijderen van vluchtige basen geleidelijk verlaagd wordt, althans bij de uiteindelijke temperaturen, en doordat het bad verwarmd wordt tot een eindtemperatuur tussen 60° en 80°C.

20 Bij voorkeur ligt de begin-pH van het verfbad tussen 8,0 en 9,5 en wordt hij in de loop van het verwarmen 0,5 tot 0,9 lager. Men ziet dus dat het bad zo ongeveer neutraal kan worden, maar nooit zuur, behalve in het geval van zeer intensief verven, waarbij het voor een volledige uitputting van
25 het verfbad nodig kan zijn (vooral bij het aanverven van vezels die op basis van de hiervoor beschreven proef als wat langzamer aanvervend gerekend moeten worden) tegen het einde van het aanverven, bij de maximum temperatuur een klein beetje verdund organisch zuur (bijvoorbeeld azijnzuur) toe te voegen.

30 De combinatie van te gebruiken reagentia omvat tenminste twee stoffen uit de groepen der basen, zouten en zuren, waarvan er tenminste één een vluchtige base is of bij de tijdens de werkwijze optredende temperaturen een vluchtige base vormt. Voorbeelden hiervan zijn in het algemeen alkalimetaal-
35 hydroxyden en ammonium-zouten van organische of anorganische zuren, en meer in het bijzonder NaOH en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Verrassenderwijs werd gevonden dat deze werkwijze een perfect aanverven mogelijk maakt, zonder dat men tijdens het verven de samenstelling van het bad hoeft bij te regelen. Hiermee worden alle nadelen voor snel aanvervende poly-
5 amiden van de werkwijzen bij hoge temperaturen en de reeds bekende werkwijzen bij lage temperaturen weggenomen.

Bovendien vertoont de nu uitgevonden werkwijze het verrassende voordeel dat ondanks de toepassing van de betrekkelijk lage temperatuur de aanverfsnelheid hoog is, wat de
10 duur van de verfcyclus ten opzichte van de gebruikelijke werkwijzen verkort. Dit versterkt niet alleen de energiebesparing door de toepassing van lagere temperaturen, maar maakt ook een betere benutting van apparatuur en mankracht mogelijk. Een dergelijk verrassend resultaat zal hierna nog met behulp van een
15 grafiek toegelicht worden.

Bovendien wordt het verfbad verrassenderwijs volledig uitgeput, ondanks de toepassing van de lagere temperatuur. Volledige uniformiteit van de kleur en een goede echtheid daarvan worden hiermee bereikt. De fouten van de eerder
20 bekende werkwijzen met hoge temperaturen, waaronder de vouwafdrukken van de klopper zijn nu verdwenen. In het geheel geeft de nu gevonden werkwijze een belangrijke vooruitgang in eenvoud van de te gebruiken hulpmiddelen en in zuinigheid met de reagentia.

25 Als kleurstof kunnen de voor het aanverven van polyamide-vezels reeds bekende zure kleurstoffen gebruikt worden. De volgende in de "Colour Index" (hierna "C.I.") opgesomde kleurstoffen worden als voorbeelden daarvan genoemd:
als rood element, C.I. zuur rood 57: rood Nailamide EP -ACNA,
30 rood Tectilon 3B - Ciba Geigy, rood Nylomine B-3B - ICI,
rood Novanyl L3GP - Yorkshire, rood Nylosan C-BL - Sandoz, rood Dimacide N-2BL - Uguine Kuhlmann; als blauw element, C.I. zuur blauw 72: blauw Acidol BE - BASF, blauw Tectilon R - Ciba Geigy,
blauw Novanyl L-FG - Yorkshire, blauw Nylosan C-GL - Sandoz;
35 als geel element, C.I. zuur geel 219: geel Tectilon 4R - Ciba-Geigy, geel Nylosan C-RM - Sandoz, geel Nylantrene B4RK -

Althouse, of als een alternatief voor lichte en halflichte tinten geel Nylantrene B4RC - Althouse (geen C.I.nummer), of C.I. zuur geel 135: geel Nylomine AG - ICI, geel Telon licht NL - Bayer 4; voor matige tot donkere tinten, C.I. zuur
5 oranje 156: oranje Nylosan C-GNS; en als een alternatief voor de bovengenoemde, en vooral voor de moeilijke tinten, bijvoorbeeld grijs en groen: C.I. zuur geel 199: geel Nylomine A4R.

Andere dan bovengenoemde kleurstoffen kunnen natuurlijk ook gebruikt worden.

10 Opgemerkt moet worden dat, indien een combinatie van kleurstoffen gewenst is, deze wel onderling verenigbaar moeten zijn. Verrassenderwijs werd ook nog gevonden dat als algemene regel paren en drielingen van kleurstoffen die bij hoge temperatuur-werkwijzen verenigbaar zijn bij de werkwijze
15 volgens de uitvinding het ook zijn. Maar niet uitgesloten is dat bij het combineren van meerdere kleurstoffen variaties en aanpassingen gemaakt moeten worden, waartoe een vakman met behulp van eenvoudige controles zeker in staat is. Hoeveel NaOH en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ of andere basen en zouten men bij de werkwijze volgens de uitvinding
20 precies gebruikt is afhankelijk van de concentratie van deze reagentia en van de verdere samenstelling van de oplossing. Men moet in ieder geval zoveel nemen dat de oplossing aanvankelijk alkalisch is. Voor het bepalen van de gedachte het volgende:
25 In onthard water gebruikt men voor een begin-pH van 9,5 (wat voor lichte en zeer lichte tinten de voorkeur verdient) per liter 0,3 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,5 ml NaOH van 36°Bé. Voor lichte en matig lichte tinten verdient een begin-pH van 9,0 de voorkeur, die bijvoorbeeld bereikt wordt met per liter 0,3 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,4 ml NaOH van 36°Bé. In het algemeen moet men, naarmate men
30 donkerder tinten wenst, de begin-pH lager kiezen en de verhouding tussen ammoniumsulfaat en NaOH dienovereenkomstig variëren. Bijvoorbeeld voor een pH van 8,5 (voor matige tot donkere tinten) neemt men per liter 0,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,2 ml NaOH van 36°Bé. Voor een pH van 8,0 (voor donkere tot zeer donkere tinten) neemt
35 men per liter 0,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,12 ml NaOH van 36°Bé.

Bij de werkwijze volgens de uitvinding is het

voordelig anionogene en/of kationogene hulpstoffen te gebruiken die als afvlakkers werken. Deze afvlakkers zijn in de techniek voldoende bekend, zodat hier geen nadere uitleg nodig is. Als voorbeelden van anionogene produkten kunnen hier genoemd worden

5 Sandogene CN van de firma Sandoz, Agent Atsa B van de firma Althouse en Univadina PS van de firma Ciba-Geigy, van kationogene produkten kunnen genoemd worden Matexil LC-CWL van de ICI en Sandogene NH en RD van de firma Sandoz. Toepassing van andere dergelijke hulpstoffen wordt natuurlijk niet uitgesloten.

10 Een bevoorkeurde uitvoeringsvorm van de werkwijze volgens de uitvinding bestaat uit de volgende serie handelingen. Men maakt voldoende koud (dat wil zeggen temperatuur tot 20°C toe) verfbad aan, en de circulatiepompen van het bad worden aangezet. Dan worden verdunde loog en de eventuele af-

15 vlakker toegevoegd, en vervolgens snel de gekozen kleurstoffen en het ammoniumsulfaat, in zodanige hoeveelheden dat de gewenste samenstelling van het bad nu bereikt wordt. Kleurstoffen en ammoniumsulfaat waren daartoe van te voren in een ander vat opgelost. Nadat alles bij elkaar gekomen is laat men het bad voor een goede

20 homogeniteit 3-4 minuten circuleren. De pH wordt nu gecontroleerd en zonodig bijgesteld. Dan wordt het te verven materiaal, bijvoorbeeld een grijs karpet, in het verfbad gebracht. Het verven begint door het karpet tenminste 10 minuten in de kou of bij kamertemperatuur snel te laten ronddraaien, en daarna bij lagere

25 snelheid totdat een totale koude aanverftijd van ongeveer 20 minuten gerealiseerd is. Nu begint men het bad langzaam op te warmen met een temperatuursgradient van ongeveer $0,33^{\circ}\text{C}/\text{min.}$, zodat in een $\frac{1}{2}$ uur ongeveer 30°C bereikt wordt. Dan wordt de opwarmsnelheid verhoogd tot $1^{\circ}\text{C}/\text{minuut}$, zodat in het volgende

30 $\frac{1}{2}$ uur een temperatuur van ongeveer 60°C bereikt wordt. Dan laat men het karpet ongeveer 45 minuten in het verfbad van ongeveer 60°C ronddraaien, waarna de pH gecontroleerd wordt om na te gaan of de pH-daling van 0,9 tot 0,5 plaats gevonden heeft. Als alternatief kan men ook eerst snel (met $1^{\circ}\text{C}/\text{minuut}$) en daarna lang-

35 zamer opwarmen.

De beschreven uitvoeringsvorm betreft het

aanverven volgens de uitvinding van een polyamide karpel in een bad met een klopper. Natuurlijk kan de uitvinding ook toegepast worden op het verven van andere voorwerpen dan karpetten en met andere apparatuur. Ook is het niet uitgesloten dat de werkwijze
5 kan beginnen bij een andere temperatuur dan hierboven genoemd. dus boven of onder de 20°C en in het algemeen duidelijk verschillend van kamertemperatuur. Kennelijk kan in zulke gevallen de begin-pH ook anders uitvallen.

Het verloop van de temperatuur met de tijd
10 bij een bevoorkeurde uitvoeringsvorm van de uitvinding is weergegeven in het hierbij behorende diagram, waaruit duidelijk de kortere verfcyclus en het lagere energieverbruik vergeleken met de bekende werkwijze blijkt. Het zou geen verschil van betekenis geven bij de verwarming één enkele temperatuursgradiënt aan te
15 houden en/of deze binnen bepaalde grenzen te variëren, bijvoorbeeld van 0,5°C per minuut tot 1,5°C per minuut. Men ziet dat met de werkwijze volgens de uitvinding de beoogde doeleinden bereikt worden. Dankzij toepassing van combinaties van sterke loog met ammoniumsulfaat e.d. is een beheerst verloop van de pH mogelijk
20 waardoor een geleidelijke en gelijkmatige opname van de kleurstoffen door de vezels optreedt en een volledige uitputting van het bad (dus een hoog rendement van de toegepaste kleurstof) optreedt. Dit gebeurt allemaal bij temperaturen van ten hoogste 60°C, en dus met een duidelijke energiebesparing en bovendien
25 met een kortere verfcyclus.

De uitvinding wordt nu nader toegelicht door de volgende, niet beperkende voorbeelden.

Voorbeeld I

Aanverven van een hoogpolig karpel uit
30 100 % nylon-6 stapelvezel van de firma Snia Fibre Co. in een open bad met een Bruckner-klopper. Het karpel had een gewicht van 650 g/m², de vezels waren voor 100 % heldere anti-statische vezels van 6,7 dtex. Kleur: heel licht beige.
0,041 % geel Nylanthreen B4RC (Althouse)
35 0,0215 % C.I. Zuur Rood 57 - 100 % uitputting
0,028 % C.I. Zuur Blauw 72 - 100 % uitputting

1,5 % Sandogene CN (sandoz)

1,5 % Matexil LC-CWL (ICI)

per liter 0,3 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,5 ml NaOH van 36°Bé
begin-pH = 9,5, eind-pH = 0,8.

- 5 - begintemperatuur 20°C
 - 20 min. constant op 20°C
 - in 30 min. opwarmen tot 30°C en in nog eens 30 min. tot 60°C
 - 45 min. constant op 60°C; einde van het verven
 - spoelen.

10 Voorbeeld II

Aanverven van een hoogpolig karpel uit 100 %
nylon-6 stapelvezel van de firma Snia Fibre Co. in een open bad
met een Bruckner-klopper. Het karpel had een gewicht van 680
g/m², de vezels waren voor 30 % heldere vezels van 6,7 dtex en

- 15 voor 70 % matte vezels van 20 dtex. Kleur: licht grijs.

0,07 % C.I. zuur geel 199 - 100 % uitputting

0,026 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting

0,07 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting

1,5 % Univadina PS (Ciba-Geigy)

- 20 1,5 % Matexil LC-CWL (ICI)

per liter 0,3 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,4 ml NaOH van 36°Bé
begin-pH = 9,0, eind-pH = 8,3.

Het tijdschema was hetzelfde als bij voorbeeld I.

Voorbeeld III

- 25 Aanverven van een hoogpolig karpel uit 100 %
nylon-6 stapelvezel van de firma Snia Fibre Co. in een gesloten
bad met een klopper. Het karpel had een gewicht van 580 g/m²,
de vezels waren voor 100 % semi-stapelvezels van 9,4 dtex. De
kleur: middel bruin, als van noten.

- 30 0,13 % C.I. zuur oranje 156 - 100 % uitputting

0,09 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting

0,095 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting

1,5 % Sandogene CN (Sandoz)

1,5 % Sandogene NH (Sandoz)

- 35 per liter 0,3 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,4 ml NaOH van 36°Bé
Begin-pH = 9,0, eind-pH = 0,3 lager.

Het tijdschema was hetzelfde als bij voorbeelden I en II.

Voorbeeld IV

Aanverven van een hoogpolig karpel uit
100 % nylon-6 stapelvezel van de firma Snia Fibre Co. in een
5 open bad met een Bruckner-klopper. Het karpel had een gewicht van
650 g/m², de vezels waren voor 100 % glazenden anti-statische
vezels van 6,7 dtex. De kleur: donkerrood.
0,6 % C.I. zuur oranje 156 - 100 % uitputting
1,2 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
10 0,27 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
0,5 % Sandogene CN (Sandoz)
0,5 % Matexil LC-CWL (ICI)
per liter 0,5 g (NH₄)₂SO₄ en 0,12 ml NaOH van 36°Bé.
Begin-pH = 8,0, eind-Ph = 7,5.

15 Het tijdschema was hetzelfde als in de voorafgaande voorbeelden.

In de hierbij behorende figuur ziet men het
tijdschema dat in de voorafgaande voorbeelden van kracht was,
vergeleken met het tijdschema van een gebruikelijke werkwijze bij
hoge temperatuur. Op de horizontale as staat de tijd in minuten
20 en op de vertikale as de temperatuur in °C.

Helemaal links in het diagram staat men
streepjeslijnen de koude beginfase die aan het inbrengen van de
kleurstof voorafgaat. Daarna begint de verwarming, die in deze
uitvoeringsvorm in twee delen uiteenvalt, het eerste met een
25 lage opwarmsnelheid en het tweede met een wat hogere snelheid.
Daarna is er een eindfase op de maximum temperatuur. Men ziet dat
de gebruikelijke werkwijze, hoewel daarbij 100°C bereikt wordt,
3 uur en 25 minuten kost, en de werkwijze volgens de uitvinding
slechts 2 uur en 25 minuten, met een maximum temperatuur van 60°C.
30 Natuurlijk betreffende de beide tijdschema's het aanverven van het-
zelfde materiaal, zodat de resultaten onderling vergelijkbaar zijn,
hoewel men in deze voorbeelden met de werkwijze volgens de uit-
vinding een kwalitatief beter resultaat kreeg.

In de nu volgende voorbeelden werd slechts
35 één enkele opwarmsnelheid toegepast.

Voorbeeld V

- Aanverven van een hoogpolig karpel uit
100 % nylon-6-stapelvezel van de firma Snia Fibre Co. in een
open bad met een Bruckner-klopper. Het karpel had een gewicht
5 van 650 g/m², de vezels waren voor 100 % heldere, anti-statische
vezels van 6,7 dtex. Kleur: licht groen.
0,2 % C.I. zuur geel 219 - 100 % uitputting
0,017 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
0,1 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
10 1,5 % Sandogene CN - Sandoz
1,5 % Matexil LC-CWL - ICI
per liter 0,3 g (NH₄)₂SO₄ en 0,5 ml NaOH van 36°Bé
Begin-pH = 9,5, eind-pH = 8,8.
Eerst 20 minuten constant op 20°C, dan in 40 minuten naar 60°C
15 en tenslotte 45 minuten constant op 60°C. Einde van het verven.
Uitspoelen.

Voorbeeld VI

- Aanverven van een hoogpolig karpel uit
100 % nylon-6 stapelvezel van de firma Snia Fibre Co. in een
20 open bad met een Bruckner-klopper. Het karpel had een gewicht
van 680 g/m², de vezels waren voor 30 % heldere vezels van 6,7
dtex en voor 70 % matte vezels van 20 dtex. Kleur:olijfgroen.
0,76 % C.I. zuur geel 219 - 100 % uitputting
0,062 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
25 0,29 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
1 % ATSA B (Althouse)
1 % Matexil LC-CWL (ICI)
per liter 0,5g (NH₄)₂SO₄ en 0,2 ml NaOH van 36°Bé.
Begin-pH = 8,5, eind-pH = 8,8.
30 Het tijdsverloopt was hetzelfde als in voorbeeld V.

- De uitvinding kan ook zodanig toegepast
worden dat een bepaald kleurbad meerdere malen na elkaar ge-
bruikt wordt, met tussentijdse toevoeging van kleurstoffen,
base en eventueel hulpstoffen. Dan moet men na het eerste ver-
35 ven het tijdschema een beetje aanpassen. Aldus kan men tot
vier of vijf keer toe hetzelfde bad gebruiken.

Het bovengenoemde aangepaste tijdschema is
aols volgt: het karpet wordt eerst in het bad gebracht en daar
10 minuten op 40°C in gehouden; dan wordt geleidelijk de benodig-
de hoeveelheid ammoniumsulfaat toegevoegd, bijvoorbeeld over 20
5 minuten, waarna het bad in 20 minuten tijd tot 60°C opgewarmd
en 45 minuten op die temperatuur gehouden wordt. Dan wordt het
karpet snel uit het bad genomen en snel afgekoeld met speciale
daarvoor in de handel zijnde apparatuur (bijvoorbeeld Frigofloor
van de firma Bruckner & Co.). De opeenvolgende aanvervingen wor-
10 den zodanig ingesteld dat men of steeds dezelfde kleur of steeds
donkerder kleuren krijgt.

Herhaald aanverven met hetzelfde bad ver-
andert niet de hoeveelheid verbruikte verfstof, maar maakt wel
een besparing op de hulpstoffen mogelijk. Met name bespaart men
15 (na de eerste verfcyclus) voor het bereiken van een zelfde tint
25 % op de base, 50 % of meer op het ammoniumsulfaat, 25 % op
anionogene afvlakkers en 50 % op kationogene afvlakkers. Dit zal
nu in de volgende voorbeelden toegelicht worden.

Voorbeeld VII

20 Aanverven van een hoogpolig karpet uit
100 % nylon-6 stapelvezel van de firma Snia Fibre Co. in een
open bad met een Bruckner-klopper. Het karpet had een gewicht
van 550 g/m², de vezels waren voor 70 % half-matte vezels van
9,4 dtex en voor 30 % half-matte vezels van 13 dtex. Kleur:
25 licht beige.
0,05 % C.I. zuur geel 219 - 100 % uitputting
0,01 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
0,018 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
1,5 % ATSA B (Althouse)
30 1,5 % Matexil LC-CWL (ICI)
per liter 0,3 g(NH₄)₂SO₄ en 0,5 ml NaOH van 36°Bé.
Begin-pH = 9,5, eind-pH = 8,8
Eerst 20 minuten constant op 20°C., dan in 40 minuten naar 60°C
en tenslotte 45 minuten constant op 60°C. Einde van het verven.
35 Karpet wordt uit het bad genomen en afgekoeld in een Frigofloor-
apparaat van de firma Bruckner & Co. Het bad wordt niet weggedaan

(zie voorbeeld VIII).

Voorbeeld VIII

- Aanverven van een hoogpolig karpel met dezelfde samenstelling als dat van voorbeeld VII in het bij voorbeeld VII gebruikte en uitgeputte bad. Kleur: beige.
- 5 0,17 % C.I. zuur geel 219 - 100 % uitputting
0,045 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
0,047 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
1,12 % ATSA B (Althouse)
10 0,75 % Matexil LC-CWL (ICI)
per liter 0,15 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,37 ml NaOH van 36°Bé
pH na het toevoegen van het $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 9,5; eind-pH = 8,8.
Begintemperatuur 40°C, met de toevoeging van alle chemicaliën
aan het uitgeputte bad van voorbeeld VII, behalve het ammonium-
15 sulfaat.
Na 10 minuten op die temperatuur werd over ongeveer 20 minuten
langzaam de voorgeschreven hoeveelheid $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ toegevoegd.
Opwarmen in 20 minuten tijd tot 60°C (1°C/min.).
45 minuten constant op 60°C - einde van het verven.
20 Het karpel wordt uit het bad genomen en afgekoeld in het
Frigofloor-apparaat van de firma Bruckner & Co.
Het uitgeputte bad wordt voor een volgende toepassing bewaard
(zie hierna).

Voorbeeld IX

- 25 Aanverven van een hoogpolig karpel met
dezelfde samenstelling als dat van voorbeeld VII, in het in
voorbeeld VIII gebruikte en uitgeputte bad. Kleur: helder bruin.
0,3 % C.I. zuur geel 219 - 100 % uitputting
0,12 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
30 0,142 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
0,75 % ATSA B (Althouse)
0,5 % Matexil LC-CWL (ICI)
per liter 0,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,3 ml NaOH van 36°Bé
pH na toevoegen van het ammoniumsulfaat 9,0; eind-pH = 8,3.
35 De handelingen en het tijdschema waren dezelfde als bij het
aanverven van voorbeeld VIII.

Voorbeeld X

Aanverven van een hoogpolig karpel met dezelfde samenstelling als dat van voorbeeld VII. Dit gebeurde in het uitgeputte bad van voorbeeld IX. Kleur: bruin.

- 5 0,74 % C.I. zuur geel 219 - 100 % uitputting
0,24 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
0,25 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
0,75 % ATSA B (Althouse)
0,5 % Matexil LC-CWL (ICI)
- 10 per liter 0,25 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,15 ml NaOH van 36°Bé
pH na toevoegen van het ammoniumsulfaat 8,5; eind-pH = 8,0.
De handelingen en het tijdschema waren hetzelfde als bij voorbeeld VIII.

Voorbeeld XI

- 15 Aanverven van een hoogpolig karpel met dezelfde samenstelling als dat van voorbeeld VII. Dit gebeurde in het bij voorbeeld X gebruikte en uitgeputte bad. Kleur: donker bruin.
- 0,66 % C.I. zuur geel 219 - 100 % uitputting
- 20 0,27 % C.I. zuur rood 57 - 100 % uitputting
0,41 % C.I. zuur blauw 72 - 100 % uitputting
0,75 % ATSA B (Althouse)
0,5 % Matexil LC-CWL (ICI)
- per liter 0,25 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en 0,15 ml NaOH van 36°Bé.
- 25 pH na toevoegen van het ammoniumsulfaat 8,5; eind-pH = 8,0.
De handelingen en het tijdschema waren hetzelfde als die van voorbeeld VIII.

30

C o n c l u s i e s

1. Werkwijze voor het aanverven van textielmaterialen die tenminste voor een belangrijk deel uit polyamiden bestaan, met het kenmerk, dat een oplossing van een zure
5 kleurstof gebruikt wordt, waaraan een combinatie van reagentia toegevoegd wordt die het bad aanvankelijk een hoge pH geven, dat de pH door verwijderen van vluchtige basen geleidelijk verlaagd wordt, althans bij de uiteindelijke temperatuur, en dat het bad verwarmd wordt tot een eindtemperatuur tussen 60° en 80°C.
- 10 2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de begin-pH van het bad tussen 8,0 en 9,5 ligt en tijdens het verwarmen met 0,5-0,9 eenheid daalt.
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat tegen het eind van het aanverven een kleine
15 hoeveelheid organisch zuur aan het bad toegevoegd wordt.
4. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat men als combinatie van chemicaliën een alkalimetaal-hydroxyde en een ammonium-zout gebruikt.
5. Werkwijze volgens conclusie 4, met het kenmerk, dat men een combinatie van natriumhydroxyde en ammonium-
20 sulfaat gebruikt.
6. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk, dat men begint met een bad dat per liter onthard water 0,3 tot 0,5 g ammoniumsulfaat en 0,12 tot 0,5 ml natronloog van
25 36°Bé gebruikt.
7. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat aan het bad ook nog anionogene en/of kationogene afvlakkers toegevoegd worden.
8. Werkwijze volgens een der conclusies
30 1 t/m 7, met het kenmerk, dat men het bad in een eerste fase constant op ongeveer kamertemperatuur houdt, in een tweede fase met een bepaalde lage snelheid opwarmt, in een derde fase met een bepaalde iets hogere snelheid opwarmt, en in de eindfase constant op de maximum temperatuur houdt.
9. Werkwijze volgens een der conclusies
35 1 t/m 7, met het kenmerk, dat het bad in een constante snelheid

van de begintemperatuur tot de eindtemperatuur opgewarmd wordt.

10. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat de verfcyclus, gerekend vanaf het inbrengen der kleurstoffen niet langer dan $2\frac{1}{2}$ uur duurt.

5 11. Werkwijze volgens een der conclusies 1 t/m 7, met het kenmerk, dat men bij een temperatuur begint die duidelijk anders dan kamertemperatuur is.

12. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat het verven gebeurt in een apparaat met een klopper of in een ander apparaat dat geschikt is voor uitputtend aanverven.

13. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat het uitgeputte bad voor volgende aanvervingen gebruikt wordt, met toevoeging van kleurstoffen en hulpstoffen naar behoefte.

14. Werkwijze volgens conclusie 13, met het kenmerk, dat de latere aanvervingen gebeuren bij een temperatuur die aanzienlijk van kamertemperatuur verschilt.

15. Werkwijze volgens conclusie 14, met het kenmerk, dat deze andere begintemperatuur ongeveer 40°C is.

16. Werkwijze volgens een der conclusies 13, 14 of 15, met het kenmerk, dat kleurstoffen, afvlakkers en de benodigde hoeveelheid base aan het bad toegevoegd worden en dat het bad enige tijd op een duidelijk van kamertemperatuur verschillende temperatuur gehouden wordt, en dat daarna de benodigde hoeveelheid ammoniumsulfaat aan het bad toegevoegd wordt en het opwarmen tot de eindtemperatuur dan begint.

17. Werkwijze volgens conclusie 16, met het kenmerk, dat het materiaal na voltooid aanverven snel uit het verfbad genomen en snel afgekoeld wordt.

18. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat het te verven materiaal voor althans een belangrijk deel uit polycarbonamide (nylon-6) bestaat.

19. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat men karpetten aanverft.

20. Werkwijze volgens een der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat een bekende kleurstof of een combinatie van bekende kleurstoffen gebruikt wordt.

21. Werkwijze in hoofdzaak volgens beschrijving en/of voorbeelden.

5