



⑩ A Terinzagelegging ⑪ 7906009

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het bedrukken van textielmaterialen op basis van cellulose.**
- ⑤1 Int.Cl.: D06P1/645, D06P1/16.
- ⑦1 **Aanvrager: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien te Düsseldorf, Bondsrepubliek Duitsland.**
- ⑦4 **Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.**

- ②1 **Aanvraag Nr. 7906009.**
- ②2 **Ingediend 6 augustus 1979.**
- ③2 **Voorrang vanaf 26 augustus 1978, 29 september 1978.**
- ③3 **Land van voorrang: Bondsrepubliek Duitsland (DE).**
- ③1 **Nummers van de voorrangsaanvragen: P 2837385, P 2842473.**
- ②3 --
- ⑥1 --
- ⑥2 --

- ④3 **Ter inzage gelegd 28 februari 1980.**

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

N.O. 27.674

Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien, te
DÜSSELDORF, Bondsrepubliek Duitsland

Werkwijze voor het bedrukken van textielmaterialen op
basis van cellulose

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bedrukken van textielmaterialen op basis van cellulose volgens de thermo-herdruk-werkwijze (transfer-druk) met het doel de opbrengst, de biljantheid en de wrijfechtheid van dergelijke drukken te verbeteren.

5

De thermo-herdruk-werkwijze (transfer-druk) verkrijgt bij het veredelen van textiel steeds meer betekenis, omdat de werkwijze op een betrekkelijk eenvoudige wijze het mogelijk maakt textielwaren te bedrukken. De werkwijze is milieu-vriendelijk, daar geen water bevattende of oplosmiddelen bevattende verfbaden of nabehandlingsbaden zijn vereist.

10

De werkwijze wordt uitgevoerd door sublimeerbare kleurstoffen, bij voorkeur dispersie-kleurstoffen, op als dragers gebruikte papieren te drukken en de bedrukking door verhitten en door toepassing van druk door middel van herdruk-inrichtingen van de papieren op het textielmateriaal over te brengen. Een uitvoerige beschrijving van de werkwijze vindt men in "Textilbetrieb", april 1974, blz. 50 - 53.

15

20

Echter kan de thermo-herdruk-werkwijze tot dusverre slechts op textielmaterialen op basis van synthetische vezels, in het bijzonder polyestermateriaal, zonder problemen worden toegepast. Het bedrukken van textielmaterialen op basis van cellulose betekent een probleem vanwege de onvoldoende affiniteit van de voor de herdruk-werkwijze te gebruiken kleurstoffen ten opzichte van de

25

7906009

cellulosevezels. Er moeten nadelen zoals een slechts kleurstofopbrengst alsmede een onvoldoende briljantheid, een onvoldoende wasechtheid en een onvoldoende wrijfechtheid worden geaccepteerd.

Men heeft voorgesteld textielmaterialen op basis van cellulose voor de transferdruk met hulpmiddelen te behandelen die gelijktijdig oplosmiddelen voor de transferkleurstoffen en potentiële verknopingsmiddelen voor de cellulose zijn. Na het drogen bij aanwezigheid van een verknopingskatalysator wordt de transferdruk uitgevoerd. Als hulpmiddelen komen tweevoudig functionele of veelvoudig functionele, gemethyloldeerde en veretherde ureum- of melamine-derivaten alsmede carbamaten in aanmerking, waarbij de carbamaten een polyglycoletherrest met 1 - 20 ethyleenoxide-eenheden kunnen bevatten. Voor de verknoping zijn als katalysatoren metaal- of ammoniumzouten van vluchtige zuren vereist, die op een bijzondere hulp-drager zijn opgebracht. De daardoor veroorzaakte grotere hoeveelheid aan materiaal en aan benodigde kosten is aanzienlijk (zie het Duitse "Auslegeschrift 2.502.590").

Aan de uitvinding lag het probleem ten grondslag de transferdruk op textielmaterialen op basis van cellulose met betrekking tot de kleurstofopbrengst, de briljantheid van de kleuren, de wrijfechtheid, de wasbaarheid en de greep van het bedrukte textielmateriaal te verbeteren.

De werkwijze volgens de uitvinding voor het bedrukken van cellulosevezels bevattende textielmaterialen volgens de werkwijze van de transferdruk is gekenmerkt, doordat men het weefsel met een water bevattende of water en alcohol bevattende oplossing van verknoopbare triazine-derivaten met de formule 1 met de volgende betekenissen van de substituenten R:

- a) 0 - 2 van de substituenten zijn waterstofatomen
 - b) 2 - 5 van de substituenten zijn R_1-O-CH_2 -groepen
- waarin R_1 een waterstofatoom of een alkylgroep

7906009

- met 1 - 4 koolstofatomen voorstelt
- c) 1 - 3 van de substituenten zijn R_2-O-CH_2 -groepen
 waarin R_2 een groep met de formule
 $R_3-O-(-CH_2-CR_4HO)_n-$
 R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen of 5
 een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 22 kool-
 stofatomen,
 R_4 een waterstofatoom en/of een methylgroep en
 n 5 - 30 voorstellen
- d) 0 - 2 van de substituenten R_5-O-CH_2- en/of $R_5-COOCH_2-$ 10
 groepen waarin
 R_5 een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 22 kool-
 stofatomen voorstelt met dien verstande, dat
 d) 0,1 - 2 is, indien R_3 een alkylgroep met 15
 1 - 7 koolstofatomen voorstelt,
- en/of met de formule 2, met de volgende betekenissen van
 de substituenten R:
- a) geen van de substituenten een waterstofatoom voorstelt,
- b) 2,1 - 3,9 van de substituenten R_1-OCH_2 -groepen voor- 20
 stellen waarin R_1 een waterstofatoom of een al-
 kylgroep met 1 - 4 koolstofatomen voorstelt,
- c) 0,1 - 1,0 van de substituenten zijn R_2-O-CH_2 -groepen
 waarin R_2 een groep met de formule
 $R_3-O-(-CH_2-CR_4HO)_n$ voorstelt waarin 25
 R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen of
 een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 24 kool-
 stofatomen,
 R_4 een waterstofatoom en/of een methylgroep en
 n 5 - 30 voorstellen,
- d) 0 - 0,9 van de substituenten R_5-O-CH_2- en/of $R_5-COOCH_2-$ 30
 groepen voorstelt waarin
 R_5 een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 22 kool-
 stofatomen voorstelt,
- bij aanwezigheid van een de verknoping veroorzakende kata-
 lysator impregneert, droogt en daarna de transferdruk- 35
 werkwijze met sublimeerbare kleurstoffen uitvoert, waarbij

de verknoping voor of tijdens de transferdruk door inwerking van warmte wordt uitgevoerd.

Voor de werkwijze volgens de uitvinding komen textielmaterialen van natuurlijke of geregenereerde cellulose alsmede gemengde textielmaterialen met een hoeveelheid synthetische vezels in aanmerking, bijvoorbeeld polyamide- of polyestervezels. De voorbehandeling volgens de uitvinding wordt uitgevoerd door op gebruikelijke wijze impregneren van de textielmaterialen met een water bevattende of water en alcohol bevattende oplossing van het triazine-derivaat volgens de uitvinding door dompelen, opsproeien, foularden en dergelijke. De oplossing bevatten de triazineverbinding in een hoeveelheid van 35 - 100 g/l en daarnaast een gebruikelijke zure of zuurafgevende hardingskatalysator zoals bijvoorbeeld ZnCl_2 , MgCl_2 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ in een hoeveelheid van 3,5 - 10 g/l. Het textielmateriaal dient na het impregneren het triazinederivaat in een hoeveelheid van 1 - 5 gew.% te bevatten.

Het bad kan voorts gebruikelijke avivagemiddelen of bevochtigingsmiddelen, bijvoorbeeld niet-ionische epoxy-ethaanaddukten aan hogere vetalcoholen of alkylfenolen bevatten. De gebruikte triazinederivaten hebben echter zelf reeds een karakteristieke avivagewerking, zodat het toevoegen van andere avivagemiddelen in het algemeen niet is vereist. Doelmatig is ook de gelijktijdige toepassing van gebruikelijke kreukvrij makende middelen, bijvoorbeeld melamine- of ureum-formaldehyde-voorcondensaten, in een hoeveelheid van ten hoogste 50 gew.%, betrokken op de triazineverbinding.

Na het impregneren wordt het textielmateriaal gedroogd, waarna de verknoping van de triazineverbinding door inwerking van warmte kan worden uitgevoerd. In een dergelijk geval wordt een temperatuur van 140 - 160°C gedurende een tijd van 3 - 5 minuten toegepast. Doelmatig wordt de verknoping echter gelijktijdig met de transferdruk uitgevoerd, waarbij de daarvoor toe te passen tempe-

7906009

raturen en inwerkingstijden (180 - 210°C; 25 - 60 seconden) in het algemeen voldoende zijn.

De triazineverbindingen verknopen niet alleen onderling, maar op grond van het gehalte aan reactieve methylolgroepen ook met de cellulose alsmede met reactieve amino- en hydroxylgroepen van de kleurstoffen. Daardoor wordt een uitstekende fixering van de kleurstoffen aan de cellulosevezels bereikt, hetgeen een goede kleurstofopbrengst, een goede briljantheid en een goede wrijfechtheid oplevert. Daarnaast wordt de greep en de zachtheid van de textielmaterialen alsmede de hydrofiele eigenschappen en de wasbaarheid op verrassende wijze verbeterd. De appreturing met de triazineverbindingen veroorzaakt geen vergelingsverschijnselen of onaangename geuren of dampen.

De bereiding van de triazineverbindingen wordt op op zichzelf bekende wijze uitgevoerd, waarbij men van een polyalkoxymethylmelamine met bij voorkeur 5 tot 6 alkoxy-methylgroepen of een polyalkoxymethyl-diaminofenyltriazine met bij voorkeur 4 alkoxy-methylgroepen, in het bijzonder methoxymethylgroepen uitgaat. De uitgangsverbinding wordt gelijktijdig of na elkaar met de gewenste hoeveelheid alcoholen, alkylfenolen, de epoxyalkaanaddukten daarvan, bijvoorbeeld epoxyethaan- en/of epoxypropaanaddukten, of carbonzuren overeenkomstig c) of d) van de algemene formule omgezet. De omzetting wordt bij aanwezigheid van zure katalysatoren, bij voorkeur p-tolueensulfonzuur, bij een temperatuur van 110 - 150°C, eventueel onder verminderde druk uitgevoerd totdat de alkanol-afsplitsing hoofdzakelijk is beëindigd, hetgeen bijvoorbeeld door infraroodspectroscopie kan worden gecontroleerd. Bij de omzetting met carbonzuren zijn geen katalysatoren vereist; de omzetting wordt daarbij bij 180 - 200°C onder verminderde druk uitgevoerd. Bij de uitvoering van deze maatregelen worden voorcondensaten in een ondergeschikte hoeveelheid gevormd. Met betrekking tot de reactieomstandigheden wordt voor het overige naar Helvetica Chimica Acta 24 (1941) 302 en vol-

7906009

gende verwezen.

Bij voorkeur worden triazineverbindingen met de aangegeven formules gebruikt waarvan de substituenten R de volgende betekenissen hebben:

Voor formule 1:

- a) 0 - 2 van de substituenten zijn waterstofatomen
- b) 3 - 4 van de substituenten zijn R_1-O-CH_2 -groepen, waarin R_1 een groep met de algemene formule is
- c) 1 - 2 van de substituenten zijn R_2-O-CH_2 -groepen, waarin R_2 een groep met de algemene formule is, R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen, R_4 een waterstofatoom en n 10 - 15 voorstellen, 10
- d) 0,1 - 1 van de substituenten zijn R_5-O-CH_2 -groepen en/of $R_5-COOCH_2$ -groepen waarin R_5 een al dan niet vertakte, al dan niet verzadigde alkylgroep met 8 - 22 koolstofatomen voorstelt. 15

Voor formule 2:

- a) geen van de substituenten is een waterstofatoom 20
- b) 3 van de substituenten zijn R_1-O-CH_2 -groepen waarin R_1 een groep met de algemene formule van conclusie 1 voorstelt,
- c) 0,5 - 1 van de substituenten zijn R_2-O-CH_2 -groepen waarin R_2 een groep met de algemene formule van conclusie 1, R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen, R_4 een waterstofatoom en n 10 - 15 voorstellen, 25
- d) 0 - 0,5 van de substituenten zijn R_5-O-CH_2 -groepen en/of $R_5-COOCH_2$ -groepen waarin R_5 een al dan niet vertakte, al dan niet verzadigde alkylgroep met 8 - 22 koolstofatomen voorstelt. 30

De uitvinding heeft eveneens betrekking op oplosbare verknoopbare voorcondensaten van de beschreven triazineverbindingen alsmede op gemengde voorcondensaten

7906009

verkregen uit de triazineverbindingen met de formules 1 en 2.

I. Voorbeelden van de bereiding en de toepassing van de triazineverbindingen met de formule 1.

- I/1. 390 g polymethoxymethylmelamine werden met 500 g methylglycol . 9,6 EO en 20 g vetalcohol ($C_{10} - C_{18}$) bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur bij 130°C heretherd. Vervolgens werd de katalysator geneutraliseerd. Er werden ongeveer 865 g van een viskeus, met water in iedere verhouding mengbaar produkt verkregen. 5 10
- I/2. 1 mol polymethoxymethylmelamine werd met 1 mol nonylfenol . 9,5 EO bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur bij 135°C heretherd. Het verkregen produkt vormde met water een stabiele dispersie.
- I/3. 1 mol polymethoxymethylmelamine werd met 2 mol ethylglycol . 5 PO/5 EO en 0,5 mol van een mengsel van talk-alcoholen ($C_{16} - C_{18}$) bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur heretherd. Het verkregen produkt was pasta-achtig en viskeus en in warm water oplosbaar. 15
- I/4. 1 mol polymethoxymethylmelamine werd met 1 mol methylglycol . 9,6 EO en 1 mol vetalcohol (C-ketenverdeling: 10 % C_{10} , 50 % C_{12} , 20 % C_{14} , 10 % C_{16} en 10 % C_{18}) bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur bij 130°C heretherd. Er werd een zwak geelgekleurde vloeistof verkregen die in water opaal oplosbaar was. 20 25
- I/5. 1 mol polymethoxymethylmelamine werd met 1 mol hydroxy-talkvetzuur ($C_{16} - C_{18}$) bij een temperatuur tot $180/200^{\circ}\text{C}$ onder verminderde druk omgezet totdat het zuurgetal 5 was. Het verkregen vetacyloxymethylpolymethoxymethylmelamine-derivaat werd vervolgens met 1 mol methylglycol . 15 EO heretherd tot een in water ^{baar} disperseer produkt. 30
- I/6. 1 mol polymethoxymethylmelamine werd op de beschreven wijze met 1 mol technische oleylalcohol en 1 mol methanol . 12 EO omgezet. Er werd een lichtgeel gekleurd, in water opaal oplosbaar produkt verkregen. 35

7906009

- I/7. 1 mol polymethoxymethylmelamine werd met 1 mol octadecanol . 8 EO bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur heretherd. Er werd een in water disperseerbare massa verkregen.
- I/8. Een katoenweefsel werd op gebruikelijke wijze met een bad, dat 35 g/l van het triazinederivaat I/1. en 3,5 g/l van een in de handel gebrachte katalysator, met een badopname van 75 gew.% gefoulardeerd, daarna 5 minuten bij 110°C gedroogd en vervolgens 30 seconden bij 210°C onder toepassing van een in de handel gebracht transfer-papier volgens de transferdruk bedrukt. Tijdens deze behandeling verknoopte het hulpmiddel. Het bedrukte materiaal had een volle zachte greep terwijl de druk een uitstekende briljantheid, bijzonder goede echtheden (wasechtheid en wrijf-echtheid) en verbeterde kreukhoeken had. 5 10 15
- I/9. Een gemengd weefsel van polyester en katoen (50/50) werd met een bad, dat 50 g/l van het triazinederivaat I/1. en 7 g/l $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ bevatte, met een badopname van 52 gew.% gefoulardeerd, 3 minuten bij 110° gedroogd en daarna 30 seconden bij 210°C bedrukt. Ook deze druk had een bijzonder goede kleurdiepte en voldoende echtheden en verbeterde kreukhoeken. 20
- I/10. Op een gelijke wijze werden katoenmateriaal en polyester-katoenmateriaal met het triazinederivaat I/4. behandeld. Er werd een briljante druk-transfer verkregen. Vergeleken met voorbeeld I/8. was de wrijf-echtheid in droge toestand beter. 25
- I/11. Een polyester-katoenmateriaal (50/50) werd volgens de werkwijze van voorbeeld I/9. met een bad geappre-teerd dat naast het triazinederivaat I/1. en een katalysator nog 10 g/l van een in de handel gebracht niet-ionisch avivagemiddel (20 gew.% actieve component) bevatte. Er werd een zachte greep en een bril-jante druk bereikt. 30 35
- I/12. Een voor hemden bestemd weefsel van zuiver katoen

7906009

werd op gebruikelijke wijze met een bad, dat 70 g/l van het triazinederivaat I/1. en 7,0 g/l van een in de handel gebrachte katalysator, met een badopname van 75 gew.% gefoulardeerd, daarna 2 minuten bij 110°C gedroogd en vervolgens 30 seconden bij 210°C onder een persdruk van 7 g/cm² onder toepassing van een in de handel gebracht transferpapier volgens de transferdruk bedrukt. Ook bij een bedrijf van de inrichting van enige uren werd geen storende damp ontwikkeld. Het voor hemden bestemde weefsel was briljant bedrukt met een grote kleurdiepte. 5 10

I/13. Gebreid materiaal van polyester/katoen (50/50) werd met een bad, dat 35 g/l van het triazinederivaat I/4. en 3,5 g/l van een in de handel gebrachte katalysator, met een badopname van 60 gew.% gefoulardeerd en voor het overige zoals in voorbeeld I/12. behandeld. Er werd dimensie-stabiel, elastisch breimateriaal met een briljante druktransfer en de volgende echtheden verkregen: 15

wasechtheid volgens DIN 54 014: 20

tintverandering van het monster 4

aanbloeden van het begeleidende weefsel

polyester 5

katoen 5

wrijftechtheid volgens DIN 54 021: 25

droog 4

nat 3-4

Bij de beproeving van de wasechtheid, de wrijftechtheid en de zweetechtheid volgens DIN werd volgens een schaal ter vergelijking in vijf trappen beoordeeld, waarbij 5 het beste resultaat betekende en 1 het slechtste resultaat. 30

I/14. Geweven materiaal van polyester/celwol (70/30) werd met een appreteringsbad dat 35 g/l van het hulpmiddel volgens I/4. en 3,5 g/l MgCl₂.6 H₂O bevatte, op de te voren beschreven wijze geappreteerd en aan de trans- 35

7906009

druk onderworpen. Er werd een druk met een grote kleurdiepte met een niet vergeeld wit fond verkregen. wasechtheid volgens DIN 54 014:

tintverandering van het monster	4	
aanverving van het begeleidente weefsel		5
polyester	5	
celwol	5	

wasechtheid volgens DIN 50 010:

tintverandering van het monster	3-4	
aanverving van het begeleidente weefsel		10
polyester	5	
celwol	5	

zweetechtheid volgens DIN 54 020:

basische tintverandering van het monster	4	
aanverving van het begeleidente weefsel		15
polyester	4	
celwol	3-4	

zure tintverandering van het monster 4 | |

aanverving van het begeleidente weefsel		
polyester	4	20
celwol	3-4	

lichtechtheid volgens DIN 54 003:

 7 | |

Bij de beproeving van de lichtechtheid volgens DIN werd volgens een vergelijkende schaal in 8 trappen beoordeeld, waarbij 8 het beste resultaat betekende en 1 het slechtste resultaat.

 25 |

De kreukhoeken waren duidelijk verbeterd; verrassenderwijze was het opzuigend vermogen van het weefsel slechts onbelangrijk beïnvloed, terwijl de gebruikelijke "Wash- and Wear "-appreteringen het weefsel hydrofoob maakten.

 30 |

II. Voorbeelden van de bereiding en de toepassing van triazine-verbindingen met de formule 2.

II./1

365,0 g tetramethoxymethylbenzoguanamine, 500 g methanol . 10,5 EO en 2,3 g p-tolueensulfonzuur werden bij 130°C geroerd totdat 32,0 g methanol waren afgesplitst en de methoxypolyoxyethyleen alcohol kwantitatief was heretherd. Vervolgens werd de katalysator geneutraliseerd. Er werden 833 g van een viskeuze, met water mengbare vloeistof verkregen.

5

10

II./2

1 mol polymethoxymethylbenzoguanamine werd met 0,5 mol methylglycol . 8 EO en 0,2 mol dodecanol bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur bij 130°C heretherd. Het verkregen produkt vormde met water een stabiele dispersie.

15

II./3

1 mol polymethoxymethylbenzoguanamine werd met een mengsel van 0,1 mol talkalcohol . 14 EO en 0,9 mol methylglycol . 4 EO bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur bij 130°C heretherd en vervolgens werd de katalysator geneutraliseerd. Er werd een in water troebel oplosbaar produkt verkregen.

20

II./4

1 mol polymethoxymethylbenzoguanamine en 1 mol technisch polymethoxymethylmelamine werden met 2 mol nonylfenol . 9,5 EO bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur omgezet en vervolgens werd de katalysator geneutraliseerd. Het verkregen produkt was onder opal-escentie oplosbaar in water.

25

30

II./5

1 mol polymethoxymethylbenzoguanamine werd onder een verminderde druk van 30 mbar met 0,3 mol laurinezuur bij een temperatuur van 150°C onder methanolafplitsing omgezet totdat het zuurgetal gelijk aan of kleiner dan 5 was. Vervolgens werd 0,7 mol methylglycol . 7 EO toege-

35

7906009

voegd en bij 130°C bij aanwezigheid van p-tolueensulfonzuur heretherd. Het verkregen produkt was in water disperseerbaar.

II./6

Een katoen popeline werd op gebruikelijke wijze met een bad dat 40 g/l van het triazinederivaat II/1, 4 g/l ammoniumchloride en 10 g/l van een in de handel gebracht, polyetheen bevattend avivagemiddel met een badopname van 75 gew.% gefoulardeerd, 4 minuten bij 110°C gedroogd en vervolgens 30 seconden bij 190°C onder zwak verminderde druk onder toepassing van een in de handel gebracht transferpapier op een vacuum-transfer-kalander bedrukt. Er werd een popeline verkregen dat naast een bedrukking met grote kleurdiepte en scherpe omlijnningen en goede echtheden een gladde soepele greep had.

II./7

Een gebreid materiaal van katoen en polyester (50/50) werd met een appreteringsbad dat 30 g/l van het triazinederivaat II./2, 3 g/l zinknitraat en 10 g/l van een in de handel gebracht, ^{poly-}siloxan bevattend avivagemiddel met een badopname van 35 gew.% gefoulardeerd en 1 minuut bij 180°C gedroogd. Vervolgens werd het materiaal 30 seconden bij 210°C onder toepassing van een in de handel gebracht transferpapier aan de transferdruk onderworpen. Men verkreeg een dimensie-stabiel, kleurecht gebreid materiaal met een briljante kleurtransfer met een uitstekende naaibaarheid, zodat met 3 m naad, met industriële naaimachines met een groot toerental ^{ge-}naaid, geen enkele beschadiging van gesprongen mazen werd verkregen.

II./8

Een katoen-pool-materiaal werd met een appreteringsbad dat 35 g/l van het triazinederivaat II./4, 20 g/l van een in de handel gebracht ureum-formaldehyde-voorcondensaat, 20 g/l van een in de handel gebracht, ^{poly-}siloxan bevattend hydrofoob makend middel, 2 g/l van een in de handel gebrachte ^{poly-}siloxankatalysator en 3 g/l zinknitraat met

7906009

een badopname van 85 gew.% gefoulardeerd en vervolgens bij 120°C 3 minuten gedroogd. Na de gebruikelijke mechanische appreteringsbewerkingen werd het materiaal onder verminderde druk onder toepassing van een vacuum-transferkalander aan de transferdruk onderworpen. Men verkreeg hydrofoob materiaal met fijn gegradueerde halve tinten met een uitstekende briljantheid en een open pool.

5

II./9

Katoen-pool-materiaal werd met een appreteringsbad dat 80 g/l van het triazinederivaat II./5, 40 g/l van een in de handel gebracht ureum-formaldehyde-voorcondensaat als kreukvrij makend middel, 20 g/l van een in de handel gebracht ^{poly-}siloxan bevattend hydrofoob makend middel, 2 g/l van een in de handel gebrachte ^{poly-}siloxankatalysator en 5 g/l ammoniumchloride met een badopname van 85 gew.% gefoulardeerd, tot een resterend vochtgehalte van 20 gew.% gedroogd en aan de gebruikelijke mechanische appreteringsbewerkingen onderworpen. Vervolgens werd het materiaal onderworpen aan de transferdruk onder verminderde druk onder toepassing van een vacuum-transferkalander. Er werd zijde-achtig glanzend pool-materiaal met stralende diepe tinten verkregen, dat regenvast was en dat een grote springelasticiteit had.

10

15

20

II./10

Linnenweefsel werd met een appreteringsbad dat 50 g/l van het triazinederivaat II./3, 5 g/l van een in de handel gebrachte katalysator en 1 g/l van een in de handel gebracht bevochtigingsmiddel bevatte, gefoulardeerd, waarbij de badopname 75 gew.% was. Het materiaal ^{werd} bij 110°C gedroogd en zoals gebruikelijk aan de transferdruk onderworpen. Er werd materiaal met gelijkmatige, diep geverfd dekken, met een vergeleken met het uitgangsmateriaal niet veranderd fond en met goede kreukeigenschappen verkregen.

25

30

Bij de beproeving van de wasechtheid en de wrijfechtheid volgens DIN 54014 en 54021 werd volgens een vergelijkende schaal in vijf trappen beoordeeld, waarbij

35

7906009

5 het beste resultaat betekende en 1 het slechtste resultaat.

II./6 Katoenpopeline

Wasechtheid volgens DIN 54014

tintverandering van het monster	3	5
aanverving van begeleidend weefsel polyester	4-5	
celwol	4	

wrijfechtheid volgens DIN 54021

droog	4-5	
nat	3	10

II./7 Gebreid materiaal van katoen en polyester

Wasechtheid volgens DIN 54014

tintverandering van het monster	4	
aanverving van begeleidend weefsel polyester	5	
celwol	5	15

wrijfechtheid volgens DIN 54021

droog	4-5	
nat	4	

II./8 Katoen-pool-materiaal

Wasechtheid volgens DIN 54014

tintverandering van het monster	2-3	20
aanverving van het begeleidend weefsel polyester	4-5	
celwol	4	

wrijfechtheid volgens DIN 54021

droog	4-5	25
nat	3	

II./9 Katoen-pool-materiaal

Wasechtheid volgens DIN 54014

tintverandering van het monster	3	
aanverving van het begeleidend weefsel polyester	4-5	30
celwol	4-5	

wrijfechtheid volgens DIN 54021

droog	4-5	
nat	3	

35

7906009

II./10 Linnenweefsel

Wasechtheid volgens DIN 54019

tintverandering van het monster

3

aanverving van het begeleidente weefsel polyester 4-5

celwol 4

5

wrijfechtheid volgens DIN 54021

droog

4

nat

3

7906009

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het bedrukken van cellulosevezels bevattende textielmaterialen volgens de transfer-druk-werkwijze, met het kenmerk, dat men het weefsel met een water bevattende of water en alcohol bevattende oplossing van verknoopbare triazinederivaten met de formule 1 met de volgende betekenissen van de substituenten R:

- a) 0 - 2 van de substituenten zijn waterstofatomen
- b) 2 - 5 van de substituenten zijn R_1-OCH_2 -groepen waarin R_1 een waterstofatoom of een alkylgroep met 1 - 4 koolstofatomen voorstelt 10
- c) 1 - 3 van de substituenten zijn R_2-O-CH_2 -groepen waarin R_2 een groep met de formule $R_3-O-(CH_2-CR_4HO)_n$ voorstelt, waarin R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen of een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 22 koolstofatomen, R_4 een waterstofatoom en/of een methylgroep en n 5 - 30 voorstellen 15
- d) 0 - 2 van de substituenten zijn R_5-O-CH_2 -groepen en/of $R_5-COOCH_2$ -groepen, waarin R_5 een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 22 koolstofatomen voorstelt met dien verstande dat
 - d) 0,1 - 2 is indien R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen voorstelt, 20

en/of triazinederivaten met de formule 2 met de volgende betekenissen van de substituenten R:

- a) geen van de substituenten is een waterstofatoom
- b) 2,1 - 3,9 van de substituenten zijn R_1-O-CH_2 -groepen waarin R_1 een waterstofatoom of een alkylgroep met 1 - 4 koolstofatomen, 30
- c) 0,1 - 1,0 van de substituenten zijn R_2-O-CH_2 -groepen waarin R_2 een groep met de formule $R_3-O-(-CH_2-CR_4HO)_n$ voorstelt, waarin R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen of een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 24 kool- 35

7906009

stofatomen,

R_4 een waterstofatoom en/of een methylgroep en
n 5 - 30 voorstellen,

- d) 0 - 0,9 van de substituenten zijn R_5 -O-CH₂-groepen
en/of R_5 -COOCH₂-groepen, waarin
 R_5 een alkyl- of alkylarylgroep met 8 - 22 kool-
stofatomen voorstelt,

5

bij aanwezigheid van een de verknoping veroorzakende
katalysator impregneert, droogt en daarna de transferdruk-
werkwijze met sublimeerbare kleurstoffen uitvoert, waar-
bij de verknoping voor of tijdens de transferdruk door
inwerking van warmte wordt uitgevoerd.

10

2. Werkwijze volgens conclusie 1, m e t h e t
k e n m e r k, dat men triazineverbindingen met de formu-
le 1 gebruikt waarin de substituenten R de volgende be-
tekenissen hebben:

15

- a) 0 - 2 van de substituenten zijn waterstofatomen
b) 3 - 4 van de substituenten zijn R_1 -O-CH₂-groepen
waarin R_1 in overeenstemming is met de algemene
formule

20

- c) 1 - 2 van de substituenten zijn R_2 -O-CH₂-groepen
waarin R_2 in overeenstemming is met de algemene
formule,

R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen,
 R_4 een waterstofatoom en
n 10 - 15 voorstellen

25

- d) 0,1 - 1 van de substituenten zijn R_5 -O-CH₂-groepen
en/of R_5 -COOCH₂-groepen waarin
 R_5 een al dan niet vertakte, al dan niet ver-
zadigde alkylgroep met 8 - 22 koolstofatomen
voorstelt.

30

3. Werkwijze volgens conclusie 1, m e t h e t
k e n m e r k, dat men triazineverbindingen met de formu-
le 2 gebruikt waarin de substituenten R de volgende bete-
kenissen hebben:

35

7906009

- a) geen van de substituenten is een waterstofatoom
- b) 3 van de substituenten zijn R_1-O-CH_2 -groepen, waarin R_1 in overeenstemming is met de algemene formule
- c) 0,5 - 1 van de substituenten zijn R_2-O-CH_2 -groepen waarin R_2 in overeenstemming is met de algemene formule, 5
 R_3 een alkylgroep met 1 - 7 koolstofatomen,
 R_4 een waterstofatoom en
n 10 - 15 voorstellen.
- d) 0 - 1,5 van de substituenten zijn R_5-O-CH_2 -groepen 10
en/of $R_5-COOCH_2$ -groepen waarin
 R_5 een al dan niet vertakte, al dan niet verzadigde alkylgroep met 8 - 22 koolstofatomen voorstelt.
4. Werkwijze volgens conclusies 1 - 3, met 15
h e t k e n m e r k, dat men het impregneringsbad 35 - 100 g/l van een triazineverbinding met de formule 1 of 2 of een mengsel van een triazineverbinding met de formule 1 met een triazineverbinding met de formule 2 in een mengverhouding in gewichtsprocent van 80 : 20 - 20 : 80 doet bevatten. 20
5. Werkwijze volgens conclusies 1 - 4, met 15
h e t k e n m e r k, dat men het impregneringsbad 3,5 - 10 g/l van een zure of zuur afsplitsende hardingskatalysator doet bevatten. 25
6. Werkwijze volgens conclusies 1 - 5, met 15
h e t k e n m e r k, dat men de verknoping van de diaminofenyltriazineverbindingen tijdens de transferdruk uitvoert.
7. Werkwijze volgens conclusies 1 - 6, met 30
h e t k e n m e r k, dat men oplosbare, verknoopbare voorcondensaten of overeenkomstige meng-voorcondensaten van de triazineverbindingen met de formule 1 en/of 2 gebruikt.
8. Werkwijze volgens conclusies 1 - 7, met 35
h e t k e n m e r k, dat men gebruikelijke kreukvrij

7906009

makende appreteringsmiddelen in een hoeveelheid tot 50 gew.%, betrokken op de triazineverbinding, toevoegt.

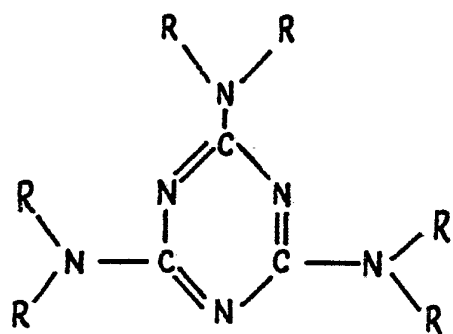
9. Gevormd voortbrengsel, geheel of ten dele bestaande uit een met toepassing van de werkwijze volgens een of meer der voorgaande conclusies verkregen textielmateriaal.

5

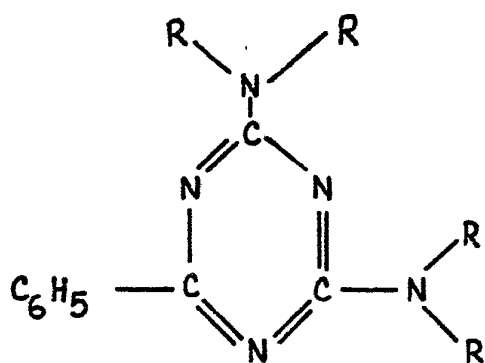
* * * * *

7906009

1



2



7906009