



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 499 090 B1**

12

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

Veröffentlichungstag der Patentschrift: **05.04.95**

Int. Cl.⁶: **D06P 3/52, D06P 3/82**

Anmeldenummer: **92101415.5**

Anmeldetag: **29.01.92**

Verfahren zum Färben von Polyester und polyesterhaltigen Textilmaterialien.

Priorität: **15.02.91 DE 4104655**

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
19.08.92 Patentblatt 92/34

Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
05.04.95 Patentblatt 95/14

Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE ES FR GB IT LI

Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 034 716
EP-A- 0 035 671
DE-A- 2 212 755
FR-A- 1 185 413

CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 100, no. 14, 2.
April 1984, Columbus, Ohio, US; abstract no.
105089, "Monoazo disperse dye" Seite 86

Patentinhaber: **HOECHST MITSUBISHI KASEI**
CO., LTD.
10-33, Akasaka 4-chome
Minato-ku,
Tokyo (JP)

Erfinder: **Bühler, Ulrich, Dr.**
Kastanienweg 8
W-8755 Alzenau (DE)

Vertreter: **Urbach, Hans-Georg, Dr.**
CASELLA AKTIENGESELLSCHAFT,
Patentabteilung,
Hanauer Landstrasse 526
D-60386 Frankfurt (DE)

EP 0 499 090 B1

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).

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien.

In der Regel werden Polyester oder polyesterhaltige Textilmaterialien mit Dispersionsfarbstoffen aus wäßrigem Färbebad bei HT-Bedingungen in einem Temperaturbereich von 120 bis 140 °C bei pH-Werten von 4 bis 6 gefärbt, da bei höheren pH-Werten die Dispersionsfarbstoffe teilweise oder ganz zerstört werden. Bei höheren pH-Werten kommt es zu Farbstärkeverlusten und Farbtonabweichungen beim Färben und die Färbungen sind nicht reproduzierbar. Nun wird normalerweise die Polyesterfaser in einem separaten Schritt vor dem Färben einer alkalischen Spülbehandlung unterworfen, um Hilfsmittel, die beim Weben oder Spinnen der Fasern eingesetzt worden sind, zu entfernen. Diese Hilfsmittel sind z.B. Ölungs- oder Schlichtemittel, die bei ihrem Vorhandensein ein egales Anfärben der Polyesterfaser erschweren oder unmöglich machen würden. Die alkalische Behandlung wird auch durchgeführt, um Oligomere der Polyesterfaser, die beim Färbevorgang aus dem Faserinneren herausgetreten sind und die Färbung unegal erscheinen lassen, zu zerstören und in der wäßrigen Färbeflotte zu halten.

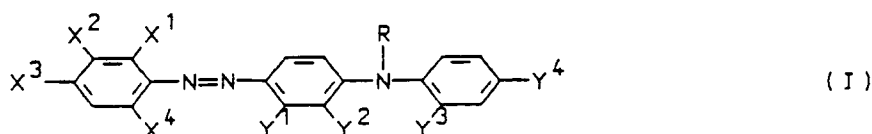
Diese alkalische Spülbehandlung wird zweckmäßigerweise bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Um Zeit und Energie zu sparen und um die Anzahl der für beide Prozesse, alkalische Vorbehandlung und Färben, benötigten Apparate zu reduzieren, war es schon immer das Ziel, beide Prozesse zu einem Ein-Bad-Spül- und Färbeverfahren zu vereinigen. Zur Realisierung dieses Zieles müssen allerdings Verfahren entwickelt werden, die im wäßrigen Färbebad bei pH 8 bis pH 11 reproduzierbare Färbungen ergeben.

Polyester-Zellulose- bzw. Polyester-Polyamid-Mischgewebe werden mit Dispersier- bzw. Reaktivfarbstoffen aus wäßrigem Färbebad in der Regel in zwei Färbeschritten gefärbt. Wie oben erwähnt, werden dabei die Dispersionsfarbstoffe auf dem Polyesteranteil bei pH 4 bis 6 appliziert, der Reaktivfarbstoffe auf den Zellulose- bzw. Polyamid-Anteil im pH-Bereich zwischen pH 11 und 13. Auch hier war es in der Vergangenheit das Ziel, ein einbadiges Applikationsverfahren für beide Farbstoffklassen zu entwickeln. Hierfür hat man nach Reaktivfarbstoffen gesucht, die bereits bei pH-Werten zwischen 8 und 11 gefärbt werden können, und es waren auch hier Verfahren erforderlich, die sicherstellen, daß unter diesen Bedingungen der Polyesteranteil mit Dispersionsfarbstoffen reproduzierbar gefärbt werden kann.

Zur Behebung der Mängel bisheriger Verfahren wird in der DE-A-39 38 631 eine Methode beschrieben, bei der Dispersionsfarbstoffe in pH-Bereich zwischen pH 8 und 10 in Gegenwart mindestens einer, gegebenenfalls am Stickstoff substituierter Aminosäure und/oder eines Alkalimetallsalzes einer gegebenenfalls am Stickstoff substituierten Aminosäure gefärbt werden.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß sich bei pH-Werten zwischen 8 und 11 auch ohne die in der DE-A-39 38 631 als Färbereihilfsmittel beschriebene Aminosäuren und -derivate reproduzierbare Färbungen erzielen lassen, wenn man Farbstoffe der allgemeinen Formel I einsetzt.

Die Erfindung betrifft somit ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I



einsetzt,
in der

X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,

X³ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom,

Y¹ Wasserstoff oder Methyl,

Y² Wasserstoff,

Y³ Wasserstoff,

Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen und

R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann,

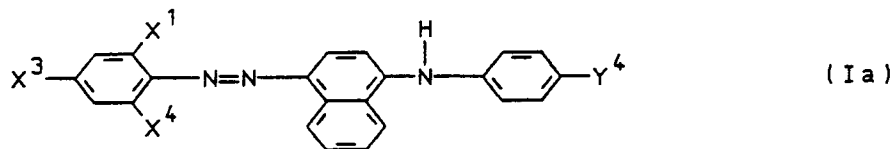
bedeuten, wobei Y¹ statt Wasserstoff oder Methyl und Y² statt Wasserstoff auch zusammen mit dem sie

tragenden Benzolkern einen Naphthylrest und Y^2 und Y^3 statt Wasserstoff zusammen eine direkte Bindung bilden können.

Ein bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ia,

5

10



eingesetzt werden,

in der

15

X^1 Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X^3 Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X^4 Wasserstoff, Chlor oder Brom und

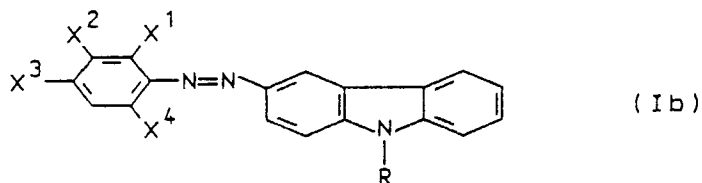
Y^4 Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen

bedeuten, wobei X^1 und X^3 nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

20

Ein bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren ist auch ein Verfahren, bei dem ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ib

25



30

eingesetzt werden,

in der

X^1 Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X^2 Wasserstoff, Chlor oder Brom,

35

X^3 Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X^4 Wasserstoff, Chlor oder Brom und

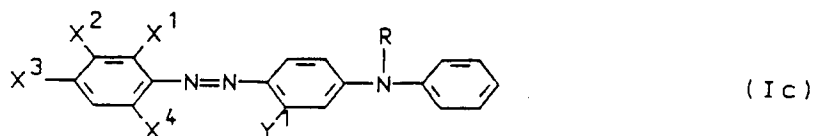
R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann,

bedeuten, wobei X^1 und X^3 nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

40

Schließlich ist auch ein Färbeverfahren bevorzugt, bei dem ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ic

45



eingesetzt werden,

50

in der

X^1 Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X^2 Wasserstoff, Chlor oder Brom,

X^3 Nitro, Chlor, Brom oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen

X^4 Wasserstoff, Chlor oder Brom,

55

Y^1 Wasserstoff oder Methyl und

R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, substituiert sein kann,

bedeuten, wobei X^1 und X^3 nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

Ein bevorzugter Rest X^2 in den Farbstoffen der allgemeinen Formel I ist Wasserstoff. Bevorzugte Reste X^3 sind Nitro und Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder aber Chlor und Brom, wenn gleichzeitig X^1 Nitro oder Methylsulfonyl bedeutet, wobei, wenn X^1 Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X^3 Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt. Bevorzugte Reste R sind Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen.

Besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ia sind solche, in denen X^1 Nitro oder Methylsulfonyl, X^3 Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen und Y^4 Wasserstoff, Methyl, Ethyl, Methoxy oder Ethoxy bedeuten, wobei entweder X^1 oder X^3 Nitro bedeutet. Ganz besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ia sind solche, in denen X^1 Nitro, X^3 Nitro, X^4 Wasserstoff, Chlor oder Brom und Y^4 Wasserstoff bedeuten.

Besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ib sind solche, in denen X^1 Chlor, Brom, Nitro oder Methylsulfonyl, X^2 Wasserstoff, X^3 Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen, X^4 Wasserstoff und R Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen bedeuten, wobei, wenn X^1 Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X^3 Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt. Ein ganz besonders bevorzugter Farbstoff der allgemeinen Formel Ib ist der, in dem X^1 Chlor, X^3 Nitro und X^2 , X^3 und R Wasserstoff bedeuten.

Besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ic sind solche, in denen X^1 Chlor, Brom, Nitro oder Methylsulfonyl, X^2 Wasserstoff, X^3 Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen, X^4 Wasserstoff, Chlor oder Brom, Y^1 Wasserstoff oder Methyl und R Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und insbesondere Wasserstoff bedeuten, wobei, wenn X^1 Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X^3 Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt.

Die Farbstoffe der allgemeinen Formel I sind bekannt und z.B. in der DE-A-22 12 755 und in der DE-A-31 63 272 beschrieben.

Das erfindungsgemäße HT-Verfahren wird bevorzugt im Färbeautoklaven durchgeführt.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zu färbenden Polyester sind insbesondere solche auf Basis von Polyethylenglykoltetraphthalaten. Polyesterhaltige Textilmaterialien sind Mischungen aus Polyester und Polyamiden und insbesondere Polyester/Cellulose-Mischgewebe.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden die Farbstoffe oder Farbstoffmischungen in feiner Verteilung eingesetzt. Die Feinverteilung der Farbstoffe erfolgt in an sich bekannter Weise dadurch, daß man den in der Fabrikation anfallenden Farbstoff zusammen mit Dispergiermitteln in einem flüssigen Medium, vorzugsweise in Wasser, aufschlämmt und die Mischung der Einwirkung von Scherkräften aussetzt, wobei die ursprünglich vorhandenen Farbstoffteilchen mechanisch so weit zerkleinert werden, daß eine optimale spezifische Oberfläche erreicht wird und die Sedimentation des Farbstoffs möglichst gering ist. Die Teilchengrößen der Farbstoffe liegt im allgemeinen zwischen 0,5 und 5 μm , vorzugsweise bei etwa 1 μm .

Die bei dem Mahlvorgang mitverwendeten Dispergiermittel können nichtionogen oder anionaktiv sein. Nichtionogene Dispergiermittel sind z.B. Umsetzungsprodukte von Alkylenoxiden, wie z.B. Ethylen- oder Propylenoxid mit alkylierbaren Verbindungen, wie z.B. Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren, Phenolen, Alkylphenolen und Carbonsäureamiden. Anionaktive Dispergiermittel sind beispielsweise Ligninsulfonate, Alkyl- oder Alkylarylsulfonate oder Alkyl-aryl-polyglykolethersulfonate.

Die so erhaltenen Farbstoffzubereitungen sollen für die meisten Anwendungsweisen gießbar sein. Der Farbstoff- und Dispergiermittelgehalt ist daher in diesen Fällen limitiert. Im allgemeinen werden die Dispersionen auf einen Farbstoffgehalt bis zu 50 Gew.% und einen Dispergiermittelgehalt bis zu etwa 25% eingestellt. Aus ökonomischen Gründen werden Farbstoffgehalte von 15 Gew.% meist nicht unterschritten.

Die Dispersionen können noch weitere Hilfsmittel enthalten, z.B. solche, die als Oxidationsmittel wirken, wie z.B. Natrium-m-nitrobenzolsulfonat oder fungicide Mittel, wie z.B. Natrium-o-phenyl-phenolat und Natriumpentachlorphenolat.

Für gewisse Anwendungsbereiche werden Pulvereinstellungen bevorzugt. Diese Pulver enthalten den Farbstoff oder das Farbstoffgemisch, Dispergiermittel und andere Hilfsmittel, wie z.B. Netz-, Oxydations-, Konservierungs- und Entstaubungsmittel.

Ein bevorzugtes Herstellungsverfahren für pulverförmige Farbstoffzubereitungen besteht darin, daß den oben beschriebenen flüssigen Farbstoffdispersionen die Flüssigkeit entzogen wird, z.B. durch Vakuumtrocknung, Gefriertrocknung, durch Trocknung auf Walzentrocknern, vorzugsweise aber auch durch Sprühtrocknung.

Zur Herstellung der Färbeflotten werden die erforderlichen Mengen der Farbstoffeinstellungen, die gemäß den obigen Angaben hergestellt wurden, mit dem Färbemedium, vorzugsweise mit Wasser, so weit verdünnt, daß sich für die Färbung ein Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:50 ergibt. Zusätzlich werden den Flotten im allgemeinen weitere Färbereihilfsmittel, wie Dispergier-, Netz- und Fixierhilfsmittel zugesetzt.

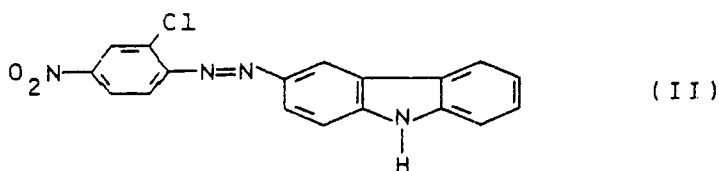
Der erforderliche pH-Wert der Färbeflotte wird vor bzw. auch während des Färbens durch Zugabe von Basen wie Alkalihydroxiden, z.B. wäßriger Natronlauge, Alkalihydrogencarbonaten, z.B. Natriumhydrogencarbonat oder Alkalicarbonaten z.B. Soda, eingestellt. Ein bevorzugter pH-Wert ist pH 9 bis 10.

Um pH-Schwankungen zu minimieren, werden vorzugsweise Puffersubstanzen zugesetzt, wie sie z.B. in JSDC, 77 (1979) S. 47 oder JSDC 79 (1981), S. 115 beschrieben sind. Besonders geeignete Puffersubstanzen sind solche, die im pH-Bereich zwischen 9 und 11 die größte Pufferwirkung besitzen. Geeignete Puffersysteme sind z.B. Essigsäure/ Natriumpyrophosphat, Borsäure/Borax, Natriumdihydrogenphosphat/Dinatriumhydrogenphosphat, Phosphorsäure/Bernsteinsäure/Borsäure oder Kombinationen organischer Phosphorverbindungen mit Polycarbonsäuren. Die Einsatzmengen an Puffersystem liegen vorzugsweise zwischen 0,5 und 10 g/l.

An den nachfolgenden Beispielen soll der Erfindungsgedanke näher erläutert werden.

Beispiel 1

1,5 g einer 20%igen Flüssigpräparation des Farbstoffs der Formel II

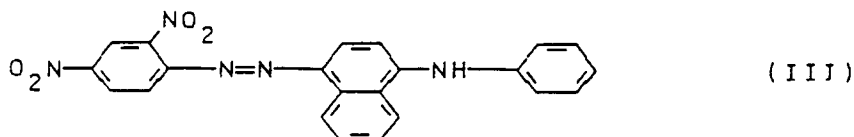


werden in einem Färbeautoklav in einer Färbeflotte bestehend aus 2 l Wasser, 2 g eines Färbereihilfsmittels auf Basis Formaldehydcondensationsprodukt und 5 g einer Puffersubstanz, die eine Mischung aus einer organischen Phosphorverbindung und einer Polycarbonsäure darstellt, 45 Min. bei 130 °C auf 100 g eines Gewebes aus Polyethylenterephthalat gefärbt, nachdem vorher der pH-Wert der Färbeflotte mit wäßriger Natronlauge auf 9 gestellt wurde. Danach wird die Färbung reduktiv nachgereinigt, gespült und getrocknet. Man erhält so eine orangefarbene Färbung.

Die Färbung wird wiederholt, wobei als Puffersubstanz jetzt 4 g Natriumacetat zugesetzt und der pH-Wert der Färbeflotte mit Essigsäure auf 4,5 eingestellt wird. Die resultierende orangefarbene Färbung dient bei einem farbmtrischen Vergleich mit der pH 9-Färbung als Bezug. Die farbmtrischen Werte der pH9-Färbung sind demgegenüber: Farbstärke: 101,6 %, ΔH 0,02, ΔC - 0,33, d.h. beide Färbungen sind praktisch farbtongleich. Der Farbstoff hat sich bei pH 9 praktisch nicht zersetzt.

Beispiel 2

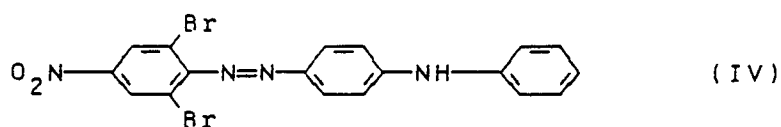
Ersetzt man den Farbstoff der Formel II im Beispiel 1 durch 4 g einer 10%igen Flüssigpräparation des Farbstoffs der Formel III



puffert die Färbeflotte mit einer Mischung 3,6 ml Phosphorsäure, 4 g Bernsteinsäure und 4 g Borsäure und stellt den pH-Wert der Färbeflotte mit wäßriger Natronlauge auf 10, so erhält man eine dunkelbraune Färbung. Diese Färbung zeigt im Vergleich zu einer bei pH 4,5 durchgeführten Färbung die folgenden farbmtrischen Werte: Farbstärke: 101,9 %, ΔH - 0,59, ΔC 0,02. Auch hier hat sich bei erhöhtem pH-Wert der Farbstoff praktisch nicht zersetzt.

Beispiel 3

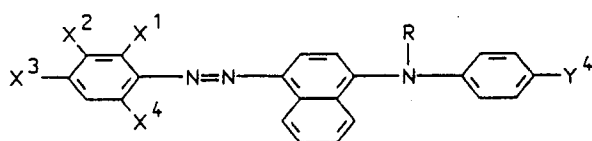
Ersetzt man den Farbstoff der Formel II in Beispiel 1 durch 3 g einer 10%igen Flüssigeinstellung des Farbstoffs der Formel IV



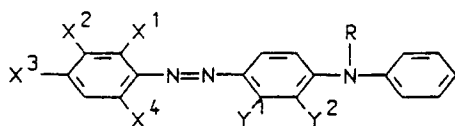
und färbt bei pH 9,5, so zeigt die resultierende gelbbraune Färbung im Vergleich zu der bei pH 4,5 erhaltenen die folgenden farbmétrischen Werte: Farbstärke: 102 %, ΔH - 0,16, ΔC 0,1 und ist somit ebenfalls nahezu farbtongleich.

In den nachfolgenden Tabellen sind weitere Farbstoffe aufgeführt, die nach dem erfindungsgemäßen verfahren eingesetzt werden können.

T a b e l l e 1



	X ¹	X ²	X ³	X ⁴	R	Y ⁴	Farbe auf Polyester
	NO ₂	H	NO ₂	H	H	CH ₃	blaustichiges Braun
	NO ₂	H	NO ₂	H	H	OC ₂ H ₅	Schwarzbraun
	NO ₂	H	NO ₂	H	H	iC ₃ H ₇	Grau
	NO ₂	H	NO ₂	H	CH ₃	H	trübes, rotstichiges Blau
	NO ₂	H	NO ₂	Cl	H	H	Marineblau
	NO ₂	H	NO ₂	Br	H	H	Marineblau
	NO ₂	H	NO ₂	Br	H	CH ₃	Marineblau
	NO ₂	H	NO ₂	Cl	H	OCH ₃	Blau
	NO ₂	H	H	H	H	H	trübes Scharlach
	SO ₂ CH ₃	H	NO ₂	H	H	H	trübes Violett
	NO ₂	H	SO ₂ nC ₄ H ₉	H	H	H	trübes Violett
	H	Cl	NO ₂	H	H	H	rotbraun

T a b e l l e 2

10

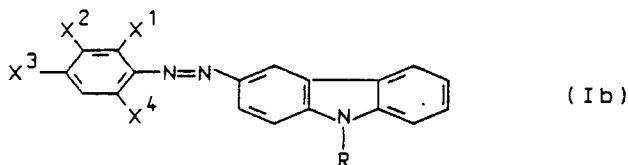
	X ¹	X ²	X ³	X ⁴	Y ¹	Y ²	R	Farbe auf Polyester
15								
	Cl	H	H	Cl	H	H	H	gelbbraun
	Cl	H	H	Br	H	H	H	gelbbraun
20	Br	H	H	Br	CH ₃	H	H	rotbraun
	Cl	H	H	Cl	CH ₃	H	H	rotbraun
	Cl	H	H	Cl	H	H	C ₂ H ₅	trübes Scharlach
	Br	H	H	Br	H	H	CH ₂ CH=CH ₂	rotbraun
25	Br	H	H	Cl	H	CH ₃	H	gelbbraun
	NO ₂	H	NO ₂	H	H	H	H	trübes Rot
	SO ₂ CH ₃	H	NO ₂	H	CH ₃	H	H	scharlach
30	NO ₂	H	Cl	H	H	H	H	gelbbraun
	Cl	H	NO ₂	H	H	H	H	orange
	NO ₂	H	NO ₂	Cl	H	H	CH ₃	bordeaux
	SO ₂ CH ₃	H	NO ₂	Br	H	H	H	bordeaux
35	H	Cl	NO ₂	Cl	H	H	H	orange
	H	NO ₂	H	H	CH ₃	H	H	gelbbraun
	Br	H	NO ₂	Br	H	H	(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	rotbraun
	Cl	H	SO ₂ C ₂ H ₅	H	H	H	H	orange
40	Cl	H	NO ₂	H	CH ₃	H	H	rot
	H	H	NO ₂	H	CH ₃	H	H	scharlach

45

50

55

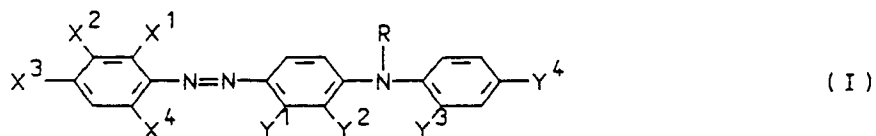
T a b e l l e 3



X ¹	X ²	X ³	X ⁴	R	Farbe auf Polyester
Cl	H	NO ₂	H	C ₂ H ₅	orange
Cl	H	NO ₂	H	CH ₂ CH=CH ₂	orange
H	H	NO ₂	H	H	gelbstichiges Orange
H	Cl	NO ₂	Cl	H	orange
NO ₂	H	NO ₂	H	H	rotbraun
NO ₂	H	NO ₂	H	nC ₄ H ₉	rotbraun
NO ₂	H	Cl	H	H	gelbstichiges Orange
SO ₂ CH ₃	H	NO ₂	H	H	orange
NO ₂	H	SO ₂ C ₃ H ₇	H	C ₂ H ₅	trübes Orange
H	Cl	NO ₂	H	H	gelbstichiges Orange
NO ₂	H	NO ₂	Br	CH ₃	trübes Rot

Patentansprüche

- Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einem oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I



einsetzt,
in der

- X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 X³ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 Y¹ Wasserstoff oder Methyl
 Y² Wasserstoff,
 Y³ Wasserstoff,
 Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen und
 R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis

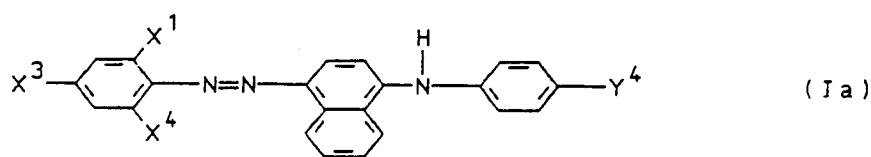
4 C-Atomen substituiert sein kann,

bedeuten,

wobei Y¹ statt Wasserstoff oder Methyl und Y² statt Wasserstoff auch zusammen mit dem sie tragenden Benzolkern einen Naphthylrest und Y² und Y³ statt Wasserstoff zusammen eine direkte Bindung bilden können.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel I X² Wasserstoff, X³ Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder aber Chlor oder Brom, wenn gleichzeitig X¹ Nitro oder Methylsulfonyl ist, sowie R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, bedeuten, wobei, wenn X¹ Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X³ Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ia



einsetzt, in der

X¹ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

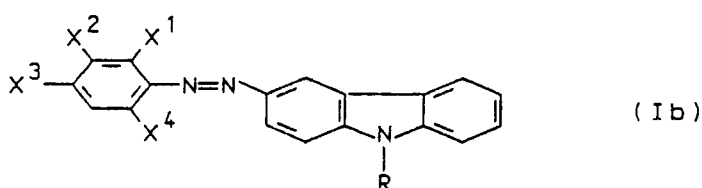
X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und

Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen,

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

4. Verfahren gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel Ia X¹ Nitro, X³ Nitro, X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und Y⁴ Wasserstoff bedeuten.

5. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ib



einsetzt, in der

X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,

X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

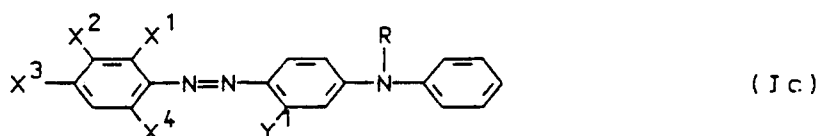
X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und

R Wasserstoff, Allyl, Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, substituiert sein kann,

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

6. Verfahren gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel Ib X¹ Chlor, X³ Nitro und X², X³ und R Wasserstoff bedeuten.

7. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ic



einsetzt, in der

- X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen
 X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom
 Y¹ Wasserstoff oder Methyl und
 R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann,

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

8. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel Ic

- X¹ Chlor, Brom, Nitro oder Methylsulfonyl,
 X² Wasserstoff,
 X³ Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 Y¹ Wasserstoff oder Methyl und
 R Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und insbesondere Wasserstoff

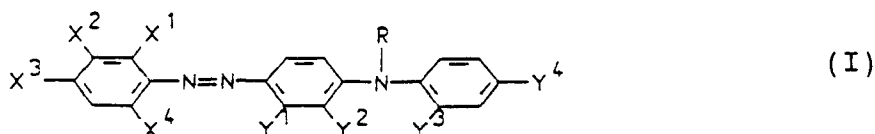
bedeuten, wobei, wenn X¹ Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X³ Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann oder umgekehrt.

9. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbung bei pH 9 bis pH 10 durchführt.

10. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Färbung in Gegenwart einer oder mehrerer Puffersubstanzen durchgeführt wird, die in dem jeweils verwendeten pH-Bereich puffern.

Claims

1. Process for the HT dyeing of polyester or polyester-containing textile materials at pH 8 to pH 11, characterised in that one or more monoazo dyes are used of the general formula I



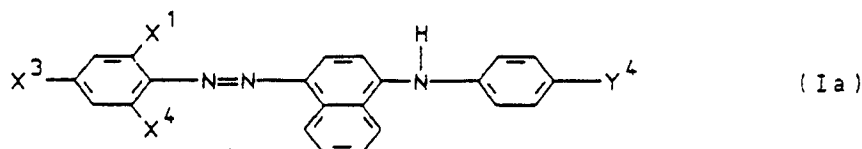
where

- X¹ is hydrogen, chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 X² is hydrogen, chlorine or bromine,
 X³ is hydrogen, chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 X⁴ is hydrogen, chlorine or bromine,
 Y¹ is hydrogen or methyl,
 Y² is hydrogen,
 Y³ is hydrogen,
 Y⁴ is hydrogen, alkyl of 1 to 4 carbon atoms or alkoxy of 1 to 4 carbon atoms, and
 R is hydrogen, allyl or alkyl of 1 to 6 carbon atoms which may be substituted by alkoxy of 1 to 4 carbon atoms,

and Y¹, instead of denoting hydrogen or methyl, and Y², instead of denoting hydrogen, may also be combined with the benzene ring to which they are attached to form a naphthyl radical and Y² and Y³,

instead of each denoting hydrogen, may together form a direct bond.

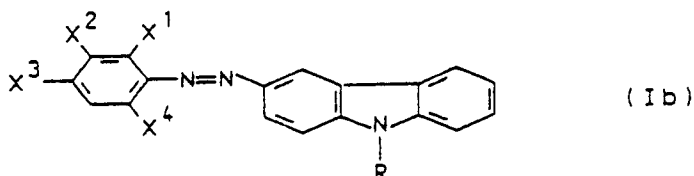
2. Process according to Claim 1, characterised in that in the general formula I X^2 is hydrogen, X^3 is nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms or else chlorine or bromine when at the same time X^1 is nitro or methylsulphonyl, and R is hydrogen, allyl or alkyl of 1 to 4 carbon atoms, although, when X^1 is methylsulphonyl, X^3 must not at the same time be alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms, and vice versa.
3. Process according to Claim 1, characterised in that one or more monoazo dyes are used of the general formula Ia



where

- X^1 is chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 - X^3 is chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 - X^4 is hydrogen, chlorine or bromine, and
 - Y^4 is hydrogen, alkyl of 1 to 4 carbon atoms or alkoxy of 1 to 4 carbon atoms,
- although X^1 and X^3 must not both be alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms.

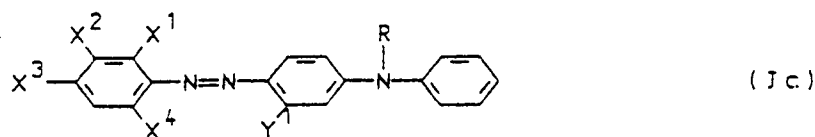
4. Process according to Claim 3, characterised in that in the general formula Ia X^1 is nitro, X^3 is nitro, X^4 is hydrogen, chlorine or bromine, and Y^4 is hydrogen.
5. Process according to Claim 1, characterised in that one or more monoazo dyes are used of the general formula Ib



where

- X^1 is hydrogen, chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 - X^2 is hydrogen, chlorine or bromine,
 - X^3 is chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 - X^4 is hydrogen, chlorine or bromine, and
 - R is hydrogen, allyl or alkyl of 1 to 6 carbon atoms which may be substituted by alkoxy of 1 to 4 carbon atoms,
- although X^1 and X^3 must not both be alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms.

6. Process according to Claim 5, characterised in that in the general formula Ib X^1 is chlorine, X^3 is nitro, and X^2 , X^3 and R are each hydrogen.
7. Process according to Claim 1, characterised in that one or more monoazo dyes are used of the general formula Ic



where

- X¹ is hydrogen, chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 X² is hydrogen, chlorine or bromine,
 X³ is chlorine, bromine, nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 X⁴ is hydrogen, chlorine or bromine,
 Y¹ is hydrogen or methyl, and
 R is hydrogen, allyl or alkyl of 1 to 6 carbon atoms which may be substituted by alkoxy of 1 to 4 carbon atoms,

although X¹ and X³ must not both be alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms.

8. Process according to Claim 7, characterised in that in the general formula Ic

- X¹ is chlorine, bromine, nitro or methylsulphonyl,
 X² is hydrogen,
 X³ is nitro or alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms,
 X⁴ is hydrogen, chlorine or bromine,
 Y¹ is hydrogen or methyl, and
 R is allyl or alkyl of 1 to 4 carbon atoms and in particular hydrogen,

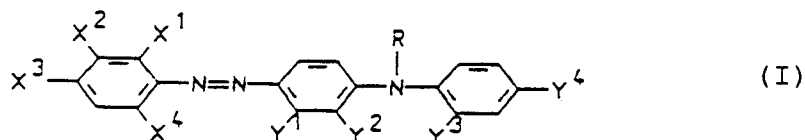
although, when X¹ is methylsulphonyl, X³ must not at the same time be alkylsulphonyl of 1 to 4 carbon atoms, or vice versa.

9. Process according to one or more of Claims 1 to 8, characterised in that the dyeing is carried out at pH 9 to pH 10.

10. Process according to one or more of Claims 1 to 9, characterised in that the dyeing is carried out in the presence of one or more buffer substances which have a buffering effect in the particular pH range used.

Revendications

1. Procédé pour la teinture HT de polyesters ou de matières textiles contenant du polyester, à un pH de 8 à 11, caractérisé en ce qu'on utilise un ou plusieurs colorants monoazoïques de formule générale I



dans laquelle

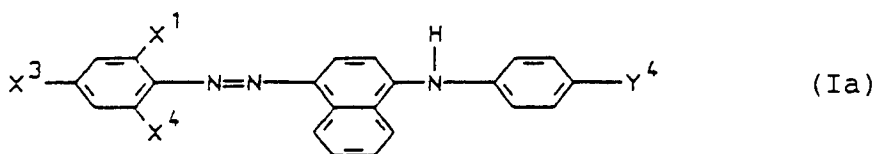
- X¹ représente l'hydrogène, les chlore, brome, nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,
 X² représente l'hydrogène, les chlore ou brome,
 X³ représente l'hydrogène, les chlore, brome, nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,
 X⁴ représente l'hydrogène, les chlore ou brome,
 Y¹ représente l'hydrogène ou le méthyle,
 Y² représente l'hydrogène,
 Y³ représente l'hydrogène,
 Y⁴ représente l'hydrogène, les alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ou alcoxy comportant de 1 à 4 atomes de carbone et

R représente l'hydrogène, les allyle ou alkyle comportant de 1 à 6 atomes de carbone, qui peuvent être éventuellement substitués par un alcoxy comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

Y¹, au lieu de l'hydrogène ou du méthyle, et Y², au lieu de l'hydrogène, pouvant aussi former, ensemble avec le noyau de benzène qui les porte, un radical naphthyle, et Y² et Y³, au lieu de l'hydrogène, ensemble, pouvant former une liaison directe.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans la formule générale I, X² représente l'hydrogène, X³ représente les nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ou bien les chlore ou brome, si X¹ représente simultanément les nitro ou méthylsulfonyle, ainsi que R représente l'hydrogène, les allyle ou alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone, si X¹ est le méthylsulfonyle, X³ ne pouvant pas être simultanément un alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone et inversement.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise un ou plusieurs colorants monoazoïques de formule générale Ia,



dans laquelle

X¹ représente les chlore, brome, nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

X³ représente les chlore, brome, nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

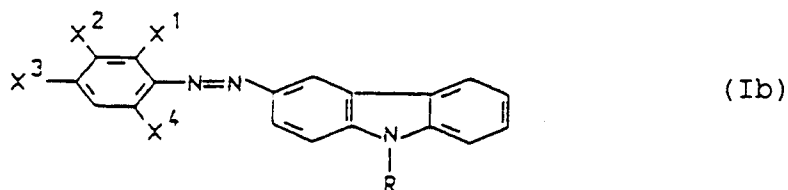
X⁴ représente l'hydrogène, les chlore ou brome, et

Y⁴ représente l'hydrogène, les alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ou alcoxy comportant de 1 à 4 atomes de carbone

X¹ et X³ ne pouvant pas représenter simultanément un alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que dans la formule générale Ia, X¹ représente un nitro, X³ représente un nitro, X⁴ l'hydrogène, les chlore ou brome et X⁴ représente l'hydrogène.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise un ou plusieurs colorants monoazoïques de formule générale Ib,



dans laquelle

X¹ représente l'hydrogène, les chlore, brome, nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

X² représente l'hydrogène, les chlore ou brome,

X³ représente les chlore, brome, nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

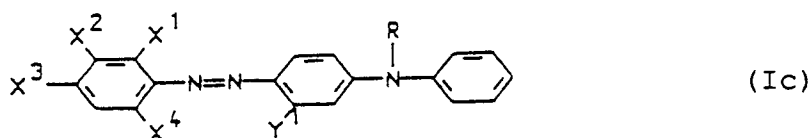
X⁴ représente l'hydrogène, les chlore ou brome, et

R représente l'hydrogène, les allyle, alkyle comportant de 1 à 6 atomes de carbone, qui peut être éventuellement substitué par un alcoxy comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

X¹ et X³ ne pouvant pas représenter simultanément un alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que dans la formule générale Ib, X¹ représente le chlore, X³ représente un nitro et X², X³ et R représentent l'hydrogène.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise un ou plusieurs colorants monoazoïques de formule générale Ic,



dans laquelle

X¹ représente l'hydrogène, les chlore, brome, nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

X² représente l'hydrogène, les chlore ou brome,

X³ représente les chlore, brome nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

X⁴ représente l'hydrogène, les chlore ou brome,

Y¹ représente l'hydrogène ou le méthyle, et

R représente l'hydrogène, les allyle ou alkyle comportant de 1 à 6 atomes de carbone, qui peut être éventuellement substitué par un alcoxy comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

X¹ et X³ ne pouvant pas représenter simultanément un alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que dans la formule générale Ic

X¹ représente les chlore, brome, nitro ou méthylsulfonyle,

X² représente l'hydrogène,

X³ représente les nitro ou alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone,

X⁴ représente l'hydrogène, les chlore ou brome,

Y¹ représente l'hydrogène ou le méthyle, et

R représente les allyle ou alkyle comportant de 1 à 6 atomes de carbone, et notamment l'hydrogène,

si X¹ est le méthylsulfonyle, X³ ne pouvant pas être simultanément un alkylsulfonyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone et inversement.

9. Procédé selon l'une ou plusieurs des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on effectue la teinture à un pH de 9 à 10.

10. Procédé selon l'une ou plusieurs des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'on effectue la teinture en présence d'une ou de plusieurs substances tampons, qui tamponnent dans le domaine de pH chaque fois utilisé.