

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200580014292.3

[51] Int. Cl.

D06M 13/224 (2006.01)

D06M 13/35 (2006.01)

D06M 13/352 (2006.01)

D06M 13/355 (2006.01)

D06M 13/17 (2006.01)

D06P 1/613 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009年11月11日

[11] 授权公告号 CN 100558976C

[51] Int. Cl. (续)

D06P 1/651 (2006.01)

D06P 3/14 (2006.01)

D06P 3/24 (2006.01)

D06M 13/217 (2006.01)

[22] 申请日 2005.4.25

[21] 申请号 200580014292.3

[30] 优先权

[32] 2004.5.3 [33] EP [31] 04101888.8

[86] 国际申请 PCT/EP2005/051828 2005.4.25

[87] 国际公布 WO2005/106107 英 2005.11.10

[85] 进入国家阶段日期 2006.11.3

[73] 专利权人 亨斯迈先进材料(瑞士)有限公司

地址 瑞士巴塞尔

[72] 发明人 H·-J·彼得 C·布林克曼

[56] 参考文献

CN1229823A 1999.9.29

US5718732A 1998.2.17

US4568351A 1986.2.4

US4168142A 1979.9.18

WO2002/070453A 2002.9.12

审查员 冯洁

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 刘锴 李炳爱

权利要求书2页 说明书12页

[54] 发明名称

用于染色聚酰胺的酸供体

[57] 摘要

一种辅助剂组合物,包括:(A)一种含有2-20个羟基基团的多羟基化合物的C₁-C₂羧酸酯和(B)一种pK_a值为6-8的N-杂环化合物,具有储存稳定性并且适于作为聚酰胺染色中的酸供体。

1、一种辅助剂组合物, 包括:

(A) 含有2-20个羟基基团的多羟基化合物的 C_1-C_2 羧酸酯, 其中的 C_1-C_2 羧酸为甲酸、乙酸、氯乙酸、溴乙酸、羟基乙酸或草酸; 以及

(B) pK_a 值为6-8的N-杂环化合物,

其中组分A和B的重量比为500:1到4:1之间。

2、根据权利要求1的组合物, 包括作为组分A的乙二醇或丙二醇、聚乙二醇或聚丙二醇、丙三醇、丙三醇/亚乙基氧加成产物或丙三醇/亚丙基氧加成产物、葡萄糖、葡萄糖/亚乙基氧加成产物或葡萄糖/亚丙基氧加成产物的 C_1-C_2 羧酸酯。

3、根据权利要求1的组合物, 包括作为组分A的 C_1-C_2 羧酸与下列物质的反应产物: 乙二醇、含有2-4个亚乙基基团的聚乙二醇、丙二醇、含有2-4个亚丙基基团的聚丙二醇、丙三醇、丙三醇/亚乙基氧加成产物, 其含有2-6个亚乙基基团, 或丙三醇/亚丙基氧加成产物, 其含有2-6个亚丙基基团。

4、根据权利要求1的组合物, 包括作为组分A的含有2-20个羟基基团的多羟基化合物的甲酸酯、氯乙酸酯、羟基乙酸酯或草酸酯。

5、根据权利要求1的组合物, 包括作为组分A的乙二醇单甲酸酯、乙二醇二甲酸酯、二乙二醇单甲酸酯、二乙二醇二甲酸酯、乙二醇单(氯乙酸酯)、乙二醇二(氯乙酸酯)、二乙二醇单(氯乙酸酯)、二乙二醇二(氯乙酸酯)、乙二醇单(羟基乙酸酯)、乙二醇二(羟基乙酸酯)、二乙二醇单(羟基乙酸酯)、二乙二醇二(羟基乙酸酯)、乙二醇单(草酸酯)、乙二醇二(草酸酯)、二乙二醇单(草酸酯)或二乙二醇二(草酸酯)。

6、根据权利要求1的组合物, 包括作为组分B的: 吗啉化合物、咪唑化合物、吡啶化合物、喹啉化合物或异喹啉化合物。

7、根据权利要求1的组合物, 包括作为组分B的咪唑或2,4-二甲基吡啶。

8、根据权利要求1的组合物，另外包括：

(C) 具有化学式(1)的二醇或二醇醚：



其中 R_1 和 R_2 是 H 或 $C_1 - C_{12}$ 烷基，其中至少 R_1 和 R_2 之一是 H， R_3 是 H 或甲基，并且 n 为 0-8 的数。

9、根据权利要求8的组合物，包括作为组分 C 的具有化学式(1)的二醇，其中 R_1 和 R_2 是 H， n 为 0-2 的数。

10、根据权利要求8的组合物，包括作为组分 C 的二丙二醇。

11、根据权利要求1的组合物，包括：

(A) 20-95 重量%的含有 2-20 个羟基的多羟基化合物的 $C_1 - C_2$ 羧酸酯，

(B) 0.2-10 重量%的 pKa 值为 6-8 的 N-杂环化合物，和

(C) 0-70 重量%的具有化学式(1)的二醇或二醇醚，



其中 R_1 和 R_2 是 H 或 $C_1 - C_{12}$ 烷基，其中至少 R_1 和 R_2 之一是 H， R_3 是 H 或甲基，并且 n 为 0-8 的数；

在每种情况下，组分(A) + (B) + (C) 的和都为 100 重量%。

12、一种控制织物处理工艺中的 pH 值的方法，其中处理液含有根据权利要求1的辅助剂组合物。

13、根据权利要求12的方法，其中织物处理工艺为染色方法。

14、一种将天然或合成织物纤维染色的方法，其中将未染色的织物纤维与一种包括至少一种染料和根据权利要求1的组合物浸染水溶液在 20-40°C 和 pH 值为 6-9 的条件下接触，随后温度上升到 90-150°C，随之 pH 值下降到 4-7。

用于染色聚酰胺的酸供体

本发明涉及一种含有 C_1-C_2 羧酸酯和 N-杂环化合物的辅助剂组合物以及一种控制织物处理工艺中的 pH 值的方法。

在织物的染色中，通常向染色液中加入所谓的酸供体，该酸供体在染色处理期间水解，进而释放一种酸，导致 pH 值缓慢降低。这样保证了更慢更均匀的消耗染料，并且产生了更高水平的染色。在 DE3417780A 中，建议使用聚乙二醇或聚丙二醇的甲酸酯作为合适的酸供体。然而，这些甲酸酯在一定程度内甚至在储存中很容易受到影响而水解和分解。

因而，本发明的问题是得到一种具有高度储存能力的酸供体的均匀无水液体配方。

已经令人惊奇的发现，通过添加 N-杂环化合物，某种羧酸酯配方水解的倾向得到很大降低。毫无疑问 N-杂环可以与无水成分均匀结合，这种结合甚至在高温下显示出良好的储存能力。

因此本发明涉及一种辅助剂组合物，包括：(A) 一种含有 2-20 个羟基基团的多羟基化合物的 C_1-C_2 羧酸酯，以及 (B) 一种 pK_a 值为 6-8 的 N-杂环化合物。

使用乙二醇的甲酸酯作为具有调节织物处理工艺中 pH 值属性的酸供体在例如 US 专利 4568351 中公开。适合制备 C_1-C_2 羧酸酯的多羟基化合物是例如乙二醇、丙三醇、三羟甲基丙烷、季戊四醇、和葡萄糖以及这些化合物的亚乙基氧和亚丙基氧加成产物。

根据组分 A 的 C_1-C_2 羧酸酯是公知的，并且可以根据已知的方法制备，例如通过使适当的多羟基化合物与一种 C_1-C_2 羧酸或合适的羧酸衍生物反应。

全酯化和部分酯化的化合物都适合作为组分 A。全酯化和部分酯化的多羟基化合物的混合物也是可能的。当组分 A 是一种二羧酸酯（例如草酸）时，它可以是单酯或二酯的形式，或者是单酯或二酯的混合物。优选是二羧酸二酯。

适合制备 C_1-C_2 羧酸酯的 C_1-C_2 羧酸是例如甲酸、乙酸、氯乙酸、溴乙酸、羟基乙酸和草酸。

优选使用乙二醇或丙二醇、聚乙二醇或聚丙二醇、丙三醇、丙三醇/亚乙基氧加成产物或丙三醇/亚丙基氧加成产物、葡萄糖、葡萄糖/亚乙基氧加成产物或葡萄糖/亚丙基氧加成产物的 C₁-C₂ 羧酸酯作为组分 A。

特别优选 C₁-C₂ 羧酸与乙二醇、含有 2-4 个亚乙基基团的聚乙二醇、丙二醇、含有 2-4 个亚丙基基团的聚丙二醇、丙二醇、含有 2-6 个亚乙基基团的丙三醇/亚乙基氧加成产物或含有 2-6 个亚丙基基团的丙三醇/亚丙基氧加成产物的反应产物作为组分 A。

同样优选作为组分 A 的还有甲酸酯、氯乙酸酯、含有 2-20 个羟基基团的多羟基化合物的羟基乙酸酯或草酸酯。

特别优选的酸供体是乙二醇单甲酸酯、乙二醇二甲酸酯、二乙二醇单甲酸酯、二乙二醇二甲酸酯、乙二醇单(氯乙酸酯)、乙二醇二(氯乙酸酯)、二乙二醇单(氯乙酸酯)、二乙二醇二(氯乙酸酯)、乙二醇单(羟基乙酸酯)、乙二醇二(羟基乙酸酯)、二乙二醇单(羟基乙酸酯)、二乙二醇二(羟基乙酸酯)、乙二醇单(草酸酯)、乙二醇二(草酸酯)、二乙二醇单(草酸酯)和二乙二醇二(草酸酯)。

原则上任何具有 pK_a 值在 6-8 之间的 N-杂环化合物都适合作为组分 B。这种化合物可以来自如吡咯烷、吡咯、咪唑、苯并咪唑、哌啶、哌嗪、吗啉、吡啶、喹啉或异喹啉。

优选组分 B 是吗啉化合物、咪唑化合物、吡啶化合物、喹啉化合物或异喹啉化合物。

合适的组分 B 的例子是咪唑、组氨酸、2-甲基苯并咪唑、2-氨基吡啶、2,4-二甲基吡啶(2,4-二甲基吡啶)、2,4,6-三甲基吡啶、1-氨基异喹啉和 4-甲基吗啉。

尤其优选咪唑和 2,4-二甲基吡啶作为根据本发明组合物中的组分 B。

根据本发明的化合物中组分 A 和 B 的比可以在很宽的范围变化。组分 A 和 B 的重量比优选为 500:1 到 4:1 之间,尤其为 100:1 到 10:1 之间,更优选在 60:1 到 20:1 之间。

为了调节活性,还可以向根据本发明的组合物中加入一种有机溶剂,优选乙二醇或乙二醇酯。

因此本发明也涉及一种组合物,包括如上文中详细说明确定的组分 A

和 B, 以及

(C) 具有化学式 (1) 的二醇或二醇醚:



其中 R_1 和 R_2 是 H 或 $C_1 - C_{12}$ 烷基, 其中至少 R_1 和 R_2 之一是 H, R_3 是 H 或甲基, 并且 n 为 0-8 的数。

化学式 (1) 的化合物是公知的并且许多已经商用。其中的例子有乙二醇、乙二醇单甲醚、聚乙二醇、聚乙二醇单甲醚、丙二醇、丙二醇单甲醚、聚丙二醇和聚丙二醇单甲醚。

优选根据本发明的组合物包括具有化学式 (1) 的乙二醇作为组分 C, 其中 R_1 和 R_2 是 H, n 为 0-2 的数。

特别优选二乙二醇并且特别是二丙二醇作为组分 C。

组分 A、B 和 C 在根据本发明的组合物中的相对量可以在很宽的范围变化。

优选组合物包括:

(A) 20-95 重量%, 优选 30-90 重量%、更优选 50-80 重量%的含有 2-20 个羟基的多羟基化合物的 $C_1 - C_2$ 羧酸酯,

(B) 0.2-10 重量%, 优选 0.5-5 重量%, 更优选 1-3% 重量的 pK_a 值为 6-8 的 N-杂环化合物, 和

(C) 0-70 重量%, 优选 10-60 重量%, 更优选 20-45% 重量的具有化学式 (1) 的二醇或二醇醚,



其中 R_1 和 R_2 是 H 或 $C_1 - C_{12}$ 烷基, 其中至少 R_1 和 R_2 之一是 H, R_3 是 H 或甲基, 并且 n 为 0-8 的数;

在每种情况下, 组分 (A) + (B) + (C) 的和都为 100 重量%。

根据本发明的辅助剂除了包括 A、B 和某种情况下的 C 外, 还可以进一步包括常用的添加剂, 例如分散剂、润湿剂和消泡剂。

本发明还涉及一种控制织物处理工艺中的 pH 值的方法, 其中处理液包括一种如上文定义的辅助剂组合物。

织物处理工艺在本发明中理解, 广义是指染色、印刷和增艳处理方法、织物的脱色、织物的精加工、羊毛的氯化处理和一些 pH 产生影响的方法, 但是特别指染色方法。

适用于根据本发明的方法的织物基底尤其是那些在酸性条件下经

过精加工的、处理过的或染色的基底，例如纤维素的 $2\frac{1}{2}$ 乙酸酯、双乙酸酯或三乙酸酯、改性聚丙烯、聚酯或聚丙烯腈，并且特别是天然或合成聚酰胺。

合适的聚酰胺纤维材料包括天然聚酰胺纤维材料，例如羊毛或蚕丝，以及合成聚酰胺纤维材料，例如聚酰胺-6 和聚酰胺-6.6，以及混合纤维，例如羊毛/纤维素或聚酰胺/纤维素纤维混合物、聚酰胺/羊毛纤维混合物或聚酰胺/弹性纤维混合物。纤维材料优选是合成聚酰胺纤维材料。

织物材料可以以各种形式使用，例如纤维、纱线、纺织品或编织品。

使用根据本发明的辅助剂组合物处理纤维材料优选按照浸染 (exhaust) 工艺进行，在这种情况下，液体比可以选自很宽的范围，例如 1:3-1:100，优选 1:4 -1:50，更优选 1:5-1:20。

当根据本发明的辅助剂组合物使用的量为 0.1-10 g/升、优选 0.2-6g/升时，一般可以获得好的结果。不要求特殊的装置。例如可以使用常用的染色装置，例如敞开槽、绞盘槽、夹具或循环装置。

处理过程优选在一定温度下进行，例如 20-130℃，优选 50-120℃，更优选 60-100℃。处理时间可以是例如 10-90 分钟，优选 15-60 分钟。

本发明的一个优选实施方式包括染色天然或合成织物纤维的方法，其中将未染色的织物纤维与包括至少一种染料和根据权利要求 1 的组合物的浸染水溶液在 20-40℃ 和 pH 值为 6-9 的条件下接触，随后温度上升到 90-150℃，随之 pH 值下降到 4-7。

除了根据本发明的辅助剂外，染色液可以进一步包括常用的添加剂，如电解质，例如氯化钠或硫酸钠；分散剂；润湿剂和消泡剂。

优选使用阴离子染料染色，一些常用的阴离子染料适合使用，例如在 Colour Index, 第三版(1971)中描述的。

阴离子染料的例子包括含有磺基的单偶氮、多偶氮、金属配合偶氮、蒽醌、酞菁染料和甲簪(formazan)染料。

纤维材料染色中使用的阴离子染料为它们的游离的磺酸形式或它们的盐的形式。

纤维材料染色中使用的染料可以进一步包含添加剂，例如氯化钠

或糊精。

可以依照传统的染色或印刷方法对纤维材料进行染色，例如依照轧染或浸染方法。除水和染料外，染色液或印刷浆料可以进一步包括添加剂，例如润湿剂、消泡剂、矫正剂或影响织物材料特性的试剂，例如软化剂、阻燃剂、或粉尘，水和油的防护剂，并且也可以包括水软化剂和天然或合成增稠剂，如藻酸盐和纤维素酯。

在染色槽中使用的染料的量可以在很宽的限定内变化，取决于要求的色泽的厚度；通常，使用的量为需要染色的材料的 0.01-15 重量%，已经证明 0.01-10 重量%尤其优选。

优选 pH 值在 1-8、更优选在 2-7 之间使用阴离子染料或活性染料进行染色。液体比可以选自很宽的范围，例如 1:3-1:50，优选 1:5-1:30 之间。染色在 50-130℃、优选 80-120℃ 之间进行。

下述根据本发明的方法中，获得了染料在聚酰胺纤维材料上的染色，染色可以通过高标准辨别。

以下实施例说明本发明。

实施例 1: 储存稳定性

将 60 重量份的乙二醇二甲酸酯、1.5 重量份的咪唑和 38.5 重量份的二丙二醇（配方 1）混合制备辅助剂组合物。将浓缩的产物储存数周，为了测量 pH 值，每次用软化水制备 1% 的溶液。使用商用的酸供体的 1% 溶液进行比较。测量的 pH 值列于表 1 中。

表 1

储存时间	配方 1 的 pH 值	参考产品的 pH 值
0	7.0	5.3
1 周	6.6	5.0
4 周	6.6	4.7
8 周	6.7	4.5
12 周	6.4	4.4

实施例 2: 使用阴离子染料对聚酰胺染色

在室温下，将 5g 聚酰胺纤维 (PA6.6) 浸入 50g 溶液中，其中溶液含有 1% Eriofast[®] Red 3B (Ciba Specialty Chemicals) 和 1g/升配方 1 (本发明) 或参考产品 (比较物)。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。在 98℃ 下保持 60 分钟后，以 3℃/分的速度将溶

液冷却到 60℃。在染色过程中测得的 pH 值列于表 2 中。

表 2

温度	配方 1 的 pH 值	参考产品的 pH 值
20℃	6.85	6.75
50℃	6.2	5.7
60℃	6.05	5.45
70℃	5.7	4.9
80℃	5.15	4.45
90℃	4.65	4.25
98℃	4.4	4.15

配方 1 的染色具有显著提高的水平和更均一的纤维外观。

实施例 3: 使用阴离子染料对聚酰胺进行三色染色

在 50℃ 下, 将 5g 聚酰胺纤维 (PA 6.6) 浸入 50g 溶液中, 其中溶液含有 0.8% Erionyl[®] Yellow A-R (Ciba Specialty Chemicals)、0.4% Erionyl[®] Red A-2BF (Ciba Specialty Chemicals)、0.6% Erionyl[®] Blue A-R (Ciba Specialty Chemicals) 和 2% Univadine[®] MC new (矫正剂, Ciba Specialty Chemicals), 以及根据情况可以含有 0.5g/升、1.0g/1 升或 4.0g/升的配方 1。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。在 98℃ 下保持 60 分钟后, 以 3℃/分的速度将溶液冷却到 50℃。染色过程中测得的 pH 值列于表 3 中。

表 3

温度	0.5g 配方 1 的 pH 值	1.0g 配方 1 的 pH 值	4.0g 配方 1 的 pH 值
50℃	7.2	7.0	6.5
50℃ 保持 10 分钟	6.7	6.5	6.0
60℃	6.4	6.2	5.2
70℃	6.2	5.8	5.1
80℃	6.0	5.6	4.6
90℃	5.7	5.0	4.2
98℃	5.2	4.5	3.9

98℃下保持 30 分	4.8	4.2	3.4
98℃下保持 60 分	4.6	4.0	3.1
50℃	4.9	4.3	3.5

由此得到的棕色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观。

实施例 4: 使用阴离子染料对聚酰胺进行三色染色

在 50℃ 下, 将 5g 聚酰胺纤维 (PA 6.6) 浸入 50g 溶液中, 其中含有 0.4% Erionyl[®] Yellow A-R (Ciba Specialty Chemicals)、0.6% Erionyl[®] Red A-2BF (Ciba Specialty Chemicals)、0.8% Erionyl[®] Blue A-R (Ciba Specialty Chemicals) 和 2% Univadine[®] MC new (Ciba Specialty Chemicals), 以及根据情况可以含有 0.5g/升、1.0g/升或 2.0g/升的配方 1 的溶液中。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。在 98℃ 下保持 60 分钟后, 以 3℃/分的速度将溶液冷却到 50℃。

由此得到的紫色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观。

实施例 5: 使用阴离子染料对聚酰胺进行三色染色

在 40℃ 下, 将 5g 聚酰胺纤维 (PA 6.6) 浸入 50g 溶液中, 其中溶液含有 0.73% Eriofast[®] Yellow R (Ciba Specialty Chemicals)、0.43% Eriofast[®] Red 2B (Ciba Specialty Chemicals)、0.76% Eriofast[®] Blue 3R (Ciba Specialty Chemicals) 和 2% Univadine[®] MC new (Ciba Specialty Chemicals)、0.5g/升 of Cibatex[®] AD-40 (Ciba Specialty Chemicals)、以及根据情况可以含有 1.0g/升、2.0g/升或 4.0g/升由 45 重量份的二乙二醇二氯化乙酸酯、2.5 重量份的 2,4-二甲基吡啶和 52.5 重量份的二丙二醇组成的配方。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。在 98℃ 下保持 60 分钟后, 以 3℃/分的速度将溶液冷却到 40℃。

由此得到的紫色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观, 这些都归功于染色过程中 pH 值更均匀的变化。

实施例 6: 使用阴离子染料对聚酰胺进行三色染色

在 40℃ 下, 将 5g 聚酰胺纤维 (PA 6.6) 浸入 50g 溶液中, 其中溶液含有 0.73% Eriofast[®] Yellow R (Ciba Specialty Chemicals)、0.43% Eriofast[®] Red 2B (Ciba Specialty Chemicals)、0.76% Eriofast[®] Blue 3R (Ciba Specialty Chemicals) 和 2% Univadine[®] MC new (Ciba Specialty Chemicals)、0.5g/升的 Cibatex[®] AD-40 (Ciba Specialty Chemicals)、以及根据情况可以含有 1.0g/升、2.0g/升或 4.0g/升由 45 重量份的乙二醇二(羟基乙酸酯)、2.5 重量份的 2,4-二甲基吡啶和 52.5 重量份的二丙二醇组成的配方。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。在 98℃ 下保持 60 分钟后, 以 3℃/分的速度将溶液冷却到 40℃。由此得到的紫色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观, 这些都归功于染色过程中 pH 值更均匀的变化。

实施例 7: 使用阴离子染料对聚酰胺进行三色染色

在 40℃ 下, 将 5g 聚酰胺纤维 (PA 6.6) 浸入 50g 溶液中, 其中溶液含有 0.73% Eriofast[®] Yellow R (Ciba Specialty Chemicals)、0.43% Eriofast[®] Red 2B (Ciba Specialty Chemicals)、0.76% Eriofast[®] Blue 3R (Ciba Specialty Chemicals) 和 2% Univadine[®] MC new (Ciba Specialty Chemicals)、0.5g/升 of Cibatex[®] AD-40 (Ciba Specialty Chemicals)、以及根据情况可以含有 1.0g/升、2.0g/升或 4.0g/升由 45 重量份的乙二醇二草酸酯、2.5 重量份的 2,4-二甲基吡啶和 52.5 重量份的二丙二醇组成的配方。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。在 98℃ 下保持 60 分钟后, 以 3℃/分的速度将溶液冷却到 40℃。由此得到的紫色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观, 这些都归功于染色过程中 pH 值更均匀的变化。

实施例 8: 使用阴离子染料对聚酰胺进行三色染色

在 40℃ 下, 将 5g 聚酰胺纤维 (PA 6.6) 浸入 50g 溶液中, 其中溶液含有 0.73% Eriofast[®] Yellow R (Ciba Specialty Chemicals)、0.43% Eriofast[®] Red 2B (Ciba Specialty Chemicals)、0.76% Eriofast[®] Blue 3R (Ciba Specialty Chemicals) 和 2% Univadine[®] MC new (Ciba Specialty Chemicals)、0.5g/升 of Cibatex[®] AD-40 (Ciba Specialty Chemicals)、以及根据情况可以含有 0.5g/升或 4.0g/升的配方 1。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。在

98℃下保持60分钟后，以3℃/分的速度将溶液冷却到70℃，然后加入1g/升的Na₂CO₃进行碱化处理。染色过程中测得的pH值列于表4中。

表4

温度	0.5g 配方1的 pH 值	4.0g 配方1的 pH 值
40℃	7.4	6.6
40℃保持10分钟	7.1	6.3
50℃	7.0	5.9
60℃	6.6	5.5
70℃	6.3	5.0
80℃	6.0	4.8
90℃	5.9	4.2
98℃	5.6	4.0
98℃保持30分钟	5.0	3.6
98℃保持60分钟	4.9	3.2
70℃	4.9	3.1
添加1g/升Na ₂ CO ₃ 并在70℃下保持10分钟	10.6	10.0

由此得到的棕色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观。

实施例9：使用金属络合物染料对聚酰胺进行三色染色

在50℃下，将5g聚酰胺纤维(PA 6.6)浸入一种溶液中，其中溶液含有0.6% Lanaset[®] Yellow 2R (Ciba Specialty Chemicals)、0.6% Lanaset[®] Red G (Ciba Specialty Chemicals)、0.4% Lanaset[®] Grey G (Ciba Specialty Chemicals) 和2% Univadine[®] MC new (矫正剂, Ciba Specialty Chemicals)，以及根据情况可以含有0.5g/升、1.0g/升或4.0g/升的组分1。然后以2℃/分的加热速度将溶液加热到98℃。在98℃下保持60分钟后，以3℃/分的速度将溶液冷却到50℃，染色过程中测得的pH值列于表5中。

表5

温度	0.5g 配方 1 的 pH 值	1.0g 配方 1 的 pH 值	4.0g 配方 1 的 pH 值
50℃	7.1	7.1	6.4
50℃保持 10 分 钟	6.6	6.5	5.9
60℃	6.3	6.1	5.4
70℃	6.1	5.9	5.1
80℃	5.9	5.5	4.6
90℃	5.5	5.0	4.2
98℃	5.1	4.6	3.9
98℃保持 30 分 钟	4.6	4.1	3.3
98℃保持 60 分 钟	4.7	3.9	3.0
50℃	4.9	4.2	3.5

由此得到的米黄色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观。

实施例 10: 使用金属络合物染料对聚酰胺进行三色染色

在 40℃ 下, 将 5g 聚酰胺纤维 (PA 6.6) 浸入 50g 溶液中, 其中溶液含有 0.028 % Irgalan[®] Yellow 3RL 250% (Ciba Specialty Chemicals)、0.049% Irgalan[®] Grey GLN (Ciba Specialty Chemicals)、0.029% Irgalan[®] Blue 3GL 200% (Ciba Specialty Chemicals)、0.021% Irgalan[®] Bordeaux EL 200% (Ciba Specialty Chemicals)、0.019% Irgalan[®] Yellow GRL 200% (Ciba Specialty Chemicals) 和 2% Univadine[®] MC new (levelling agent, Ciba Specialty Chemicals) 以及 0.5g/升的配方 1。然后以 2℃/分的加热速度将溶液加热到 98℃。染色过程中测得的 pH 值列于表 6 中。

表 6

温度	0.5 克配方 1 的 pH 值
40℃	7.4
40℃下保持 10 分钟	7.0

50℃	6.9
60℃	6.7
70℃	6.5
80℃	6.1
90℃	5.7
98℃	5.5
98℃保持 30 分钟	5.0
98℃保持 60 分钟	4.8

由此得到的米黄色染色具有显著的提高的水平和更均一的纤维外观。

实施例 11: 使用阴离子染料对毛绒进行三色染色

采用常用的毛绒染色方法, 将不同的羊毛纤维在 Ahiba 小型 (laboratory) 染色装置中染色。在处理过程中, 将 10g 的松散羊毛放入 400ml 的溶液中进行处理, 其中溶液含有 0.45% Lanazol Yellow 4G (Ciba Specialty Chemicals)、0.60% Lanazol Red 6G (Ciba Specialty Chemicals)、0.45% Lanazol Blue 3G (Ciba Specialty Chemicals) 和 0.5g/l Cibaflo[®] CIR (润湿剂, Ciba Specialty Chemicals), 1.0 % Albegal[®] (两性表面活性剂, Bayer)、5.0 % Glauber's 盐、以及根据情况可以含有 1.0g/升或 4.0g/升的组分 1。染色过程中测得的 pH 值列于表 7a-7c 中。

表 7a: 基底: 澳大利亚松散羊毛 (多绒羊毛)

温度	1.0g 配方 1 的 pH 值	4.0g 配方 1 的 pH 值
50℃	6.5	5.5
60℃	6.4	5.3
70℃	5.8	4.8
80℃	5.4	4.5
90℃	5.0	4.2
98℃	4.8	3.9
98℃保持 30 分钟	4.4	3.6
98℃保持 60 分钟	4.4	3.4

70℃	5.0	4.0
40℃	4.9	4.0

表 7b: 基底: 氯处理的羊毛纤维 (Basolan DC)

温度	1.0g 配方 1 的 pH 值	4.0g 配方 1 的 pH 值
50℃	6.3	5.4
60℃	6.1	5.3
70℃	5.6	4.8
80℃	5.1	4.5
90℃	4.8	4.1
98℃	4.5	3.8
98℃ 保持 30 分钟	4.3	3.5
98℃ 保持 60 分钟	4.2	3.3
70℃	4.8	4.0
40℃	4.8	4.0

表 7c: 基底: Hercoselt 羊毛纱

温度	1.0g 配方 1 的 pH 值	4.0g 配方 1 的 pH 值
50℃	6.4	5.8
60℃	6.3	5.5
70℃	5.9	4.9
80℃	5.5	4.5
90℃	5.1	4.1
98℃	4.8	3.9
98℃ 保持 30 分钟	4.4	3.5
98℃ 保持 60 分钟	4.3	3.3
70℃	5.0	4.0
40℃	4.9	4.0

由此得到棕色染色具有明显更好的色调组合、提高的水平度和更少的染色小斑疵点(缺乏水平度)。