

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 86112030.1

51 Int. Cl.⁴: **D 06 P 1/22**
D 06 P 1/30

22 Anmeldetag: 30.08.86

30 Priorität: 11.09.85 DE 3532341

71 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Postfach 80 03 20
D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
18.03.87 Patentblatt 87/12

72 Erfinder: **Bernhardt, Heinrich**
Brüder Grimm Weg 6
D-6239 Kriftel(DE)

84 Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI

54 **Verfahren und Mittel zum einbadigen Reoxidieren und Seifen von Färbungen mit Küpen- oder Schwefelküpenfarbstoffen.**

57 Die alkalische Reoxidation von Küpen- und Schwefelküpenfarbstoffen mittels Wasserstoffperoxid ist nur mühsam zu kontrollieren und konstant zu halten. Durch die Verwendung von in der Wärme Hypochlorit abspaltenden Mitteln, z.B. p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid-Natrium, bei pH-Werten über 8 gelingt es, erfindungsgemäß auch Kombinationen aus diesen Farbstoffen mit abweichendem Oxidationsverhalten betriebssicher zu reoxidieren. Gleichzeitig ergab sich die Gelegenheit, den notwendigen Seifvorgang mit der Reoxidation zu vereinen.

Verfahren und Mittel zum einbadigen Reoxidieren und Seifen von Färbungen mit Küpen- oder Schwefelküpenfarbstoffen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum einbadigen Reoxidieren und Seifen von Färbungen mit Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffen (C.I. Vat Dyes), welche zuvor in reduzierter Form auf ein Cellulosefasern enthaltendes Textilmaterial aufgebracht und dort fixiert worden sind, aus alkalischem Medium. Außerdem bezieht sich diese Erfindung auf ein Oxidations- und Nachseifmittel zur Durchführung des beanspruchten Verfahrens.

10 Es ist allgemein bekannt, daß beim Färben von Baumwolle mit Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffen diese Farbmittel zur Applikation auf der Ware zunächst verküpt und sodann im Anschluß an das Aufziehen und Fixieren durch Reoxidation dort entwickelt werden müssen. Ein nachfolgendes Seifen des
15 in dieser Weise behandelten Farbguts ist zur Erlangung optimaler Echtheitseigenschaften sowie des endgültigen Farbtone solcher Färbungen unerlässlich.

Im Laufe der Zeit sind nunmehr verschiedene Reoxidationsverfahren zur Entwicklung der beiden zuvor erwähnten Farbstoffkategorien erschlossen worden - sowohl für die Durchführung im sauren als auch in alkalischem Medium - die alle ihre spezifischen Vorteile, aber auch ihre typischen Nachteile aufweisen.

25

Die Entwicklung von immer effektiver ablaufenden Kontinuumverfahren zum Farbstoffauftrag brachte es also mit sich, daß auch bei den Reoxidationstechniken sich der Trend hin zu den intensiver wirkenden Oxidantien verlagerte - woraus
30 folgte, daß die Empfindlichkeit der Farbstoffindividuen gegenüber solchen oxidierenden Substanzen zunehmend in den Vordergrund trat und eine noch mehr genauere Überwachung des Reoxidationvorganges nötig machte. Dieser Sachzwang

stellte sich insbesondere für Kombinationsfärbungen mit sich färberisch unterschiedlich verhaltenden Farbstoffen heraus.

- 5 Ein weiteres Problem in Bezug auf die Funktionstüchtigkeit der gängigen Reoxidationsmaßnahmen ergab sich, als aus Umweltgründen auf den Einsatz von Chromsalzen als Oxidantien verzichtet werden mußte.
- 10 Bei Verwendung der verbleibenden, im alkalischen Bereich wirksamen Oxidationsmittel wie Wasserstoffperoxid, Peroxiden bzw. Perboraten, Natriumchlorit oder Hypochlorit zeigte sich, daß diese entweder bei der Dosierung Schwierigkeiten bereiten oder aber die Nuance ungünstig beeinflussen. In
- 15 einigen Fällen werden dabei sogar Minderungen von Echtheitseigenschaften, z.B. der Naßechtheitseigenschaften verursacht.

In den deutschen Offenlegungsschriften DE-A1-33 12 162 und

20 DE-A1-33 38 267 ist es indessen wohl bereits erläutert, Färbungen mit Schwefelfarbstoffen, welche im reduzierten Zustand auf Cellulose appliziert worden sind, zur Farbstoff-Entwicklung der Oxidationswirkung von p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid-Natrium im alkalischen Bereich zu unterziehen.

25 Die Einheitlichkeit des verwendeten Farbmittels enthebt das beschriebene Reoxidationsverfahren jedoch der Notwendigkeit, auf irgendwelche unterschiedlichen Kriterien in Bezug auf die Angreifbarkeit der Leukoverbindung im Zuge dieser Behandlungsstufe Rücksicht nehmen zu müssen.

30 Die in der Praxis obwaltende allgemeine Zielsetzung, beim Färben auf diesem Arbeitsgebiet aus Preisgründen Farbstoffe verschiedener Sortimente - also auch mit abweichendem Reoxidationsverhalten - gemeinsam einzusetzen, stellt für

35 die in Rede stehende Erfindung somit die Aufgabe, ein Reoxidationsverfahren zur Entwicklung der auf der Faser

jeweils in Leukoform vorliegenden Farbstoffe zu konzipieren, das einheitlich Anwendung finden kann, keine Umweltbelastung hervorruft, die Nachteile der hierfür bekannten Verfahren ausräumt und zudem noch ökonomisch ist.

5

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man das mit den obigen Farbstoffen allein oder in Kombination miteinander behandelte Textilgut zur Farbstoff-Entwicklung der oxidierenden Einwirkung einer wäßrigen Lösung von in
10 der Wärme Hypochlorit abspaltenden Chemikalien bei pH-Werten oberhalb 8 sowie einer Temperatur zwischen 15°C und Kochpunkt der Flotte aussetzt und gleichzeitig mit der Oxidation im selben Bad den Seifvorgang unter Zuhilfenahme von vorzugsweise anionischen, gegenüber Hypochlorit unempfindlichen Tensiden vornimmt oder einleitet. Das kann so-
15 wohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich geschehen.

Als geeignete Vertreter solcher in der Wärme Hypochlorit abspaltender Verbindungen, die in der Lage sind, beim
20 Oxidationsvorgang positiv geladenes Chlor abzugeben, kommen erfindungsgemäß N-chlorierte organische Sulfonamide wie N-Chlor-aryl- bzw. -alkylaryl-sulfonsäureamide, oder N-chlorierte Isocyanursäuren in Frage. Insbesondere seien in dieser Hinsicht als Beispiele die Natriumsalze von
25 p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid, Benzolsulfonsäure-N-chloramid, 1-Benzolsulfonsäure-N-chloramid-3-carbonsäure oder o-Toluolsulfonsäure-N-chloramid, fernerhin die entsprechenden Dichlorverbindungen wie p-Toluolsulfonsäure-N,N-dichloramid und Dichlorisocyanursäure, einzeln oder in
30 Mischungen untereinander zu nennen, welche gleichwertige färberische Ergebnisse erbringen. Mit den soeben aufgezählten Substanzen stehen der Färbereipraxis preiswerte, physiologisch unbedenkliche und mit ihren Endprodukten abwassertechnisch einwandfreie Oxidationsmittel für die Ent-
35 wicklung von Küpen- und Schwefelfarbstoffen zur Verfügung. Ihre Dosierung ist problemlos und bezüglich Einhaltung der

Farbkonstanz treten keine Schwierigkeiten auf. Solche Verbindungen sind u.a. beschrieben in Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 9, Seiten 384 bis 392 (besonders Seiten 388 bis 389) und in Kirk-Othmer, 5 Encyclopedia of Chemical Technology, Third Edition, Volume 5, pp. 565 - 580 (besonders pp. 574 - 575).

Als Mittel zum Seifen werden im Rahmen des beanspruchten Verfahrens vorzugsweise anionische, hypochloritunempfindliche Tenside, wie z.B. Oleylmethyltaurin oder oleylthionsaures Natrium u.a., gegebenenfalls in Mischung mit solchen Hilfsstoffen nichtionischen Typs, in Betracht gezogen. Diese Tenside gelangen erfindungsgemäß zusammen mit den oben erwähnten Oxidationsmitteln aus gleicher Flotte 15 zur Anwendung.

Die Einsatzmengen an den zuvor genannten Oxidationsmitteln hängen erfindungsgemäß davon ab, ob kontinuierlich oder diskontinuierlich gearbeitet wird: Es werden empfohlen, 20 bei kontinuierlicher Prozeßführung in den Ansatzflotten 1 bis 4 g/l der Oxidantien und 1 g/l Soda und in den Nachlauf- flotten 0,5 bis 1 % des Oxidans zu verwenden. Beim diskontinuierlichen Arbeiten haben sich 0,5 bis 2 % des Oxidans (bezogen auf das Warengewicht) und 1 g/l Soda als 25 zweckmäßig bewährt.

Der pH-Wert des beanspruchten Verfahrens kann in weiten Grenzen variieren, ohne die Qualität der Reoxidation der Leukofarbstoffe zu beeinflussen, solange sichergestellt 30 ist, daß in den Entwicklungsbädern ein alkalisches Medium (pH >8) vorherrscht. Bevorzugt wird die Farbstoffentwicklung bei pH-Werten im Bereich zwischen 8 und 12 durchgeführt, welche entweder durch das auf der Ware befindliche, aus der vorgängigen Verküpfung stammende Alkali oder besser 35 durch separate Zugabe von z.B. Soda eingestellt werden.

Da der Zeitfaktor bei der erfindungsgemäßen Oxidationsweise ohne größere Bedeutung ist, kann das beanspruchte Verfahren sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich vorgenommen werden. Im Falle der kontinuierlichen Arbeitstechnik sind Verweilzeiten des Färbegutes in den Entwicklungs-/Seif-Bädern zwischen 5 und 120 Sekunden ausreichend.

Auch die Temperatur der Behandlung zum Reoxidieren und Seifen ist verfahrensgemäß relativ unkritisch und kann je nach Zusammensetzung der Farbstoffkombination zwischen 35°C bis Kochtemperatur (100°C) schwanken. Während im Falle einer Kombination der Schwefelküpenfarbstoffe untereinander dafür Temperaturen zwischen 35° und 50°C angesetzt werden, sind bei Kombinationen aus Küpen- und Schwefelküpenfarbstoffen 95°C bis Kochtemperatur bevorzugt.

Für das völlige Ausseifen der Färbungen mit den Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffen folgen dem eigentlichen Oxidationsbad in der Regel noch weitere, auf höhere Temperaturen (80°C bis Kochtemperatur) eingestellte Seifbäder nach. Ein Zwischenschalten von Spülbädern zur Entfernung des nicht verbrauchten Oxidationsmittels ist dabei nicht erforderlich.

Bei der kontinuierlichen Arbeitsweise wird im allgemeinen nach dem Dämpfen der Ware kurz gespült und unmittelbar darauf reoxidiert/geseift. Das Reoxidations-/Seif-Bad von 35°C bis Kochtemperatur enthält dann z.B.

1-4 g/l der o.a. Oxidantien,

1 g/l Soda calc. und

1-3 g/l Oleylmethyltaurin,

oder direkt die entsprechende Menge einer fertigen Mischung von diesen Substanzen, wie sie nachstehend als erfindungsgemäße Oxidations- und Nachseifmittel beschrieben werden.

In Anbetracht der gewonnenen Erkenntnisse aus dem verfahrensgemäßen Oxidations-/Seif-Prozeß erstreckt sich die vor-

liegende Erfindung weitherhin auf Oxidations- und Nachseifmittel zur Durchführung des neuen Verfahrens. Gegenstand dieses Schutzrechtes sind in dieser Beziehung somit Gemische, gekennzeichnet durch einen Gehalt an

- 5 20 bis 80 Gewichtsteilen von in der Wärme Hypochlorit
 abspaltenden Chemikalien, beispielsweise
 Oxidationsmitteln vom Typ N-chlorierter
 Aryl- bzw. Alkylaryl-sulfonsäureamide und/
10 oder N-chlorierter Isocyanursäuren, vorzugs-
 weise von oxidierend wirkenden Verbindungen
 bzw. Mischungen davon der weiter oben gegeb-
 enen Auswahl, und
- 80 bis 20 Gewichtsteilen von vorzugsweise anionischen,
 hypochloritbeständigen Tensiden, beispiels-
15 weise vom Typ Oleylmethyltaurin und/oder oleyl-
 isethionsauren Natriums.

- Es handelt sich dabei um Gemische genannter Oxidationsmit-
tel mit den erwähnten Tensiden, vorzugsweise in Pulverform.
- 20 Diesen Gemischen können gleichzeitig noch die notwendigen
 Alkalien, z.B. in Form von Soda, in Anteilen von 0 bis
 50 Gew.-% der Gesamtmischung beigemischt sein.

- Vorzugsweise sind die Oxidations- und Nachseifmittel ent-
25 sprechend der vorliegenden Erfindung zusammengesetzt aus
 20 bis 80 Gewichtsteilen p-Toluolsulfonsäure-N-chlor-
 amid-Natrium,
 80 bis 20 Gewichtsteilen Oleylmethyltaurin und
 20 bis 50 Gewichtsteilen Soda calc.

- 30 Der neue Prozeß ist sowohl für das kontinuierliche als auch
 für das diskontinuierliche Oxidieren/Seifen von Färbun-
 gen mit den genannten Farbstoffen ausgelegt, ganz gleich
 in welcher Form, z.B. durch Klotzen bzw. Drucken oder nach
35 der Ausziehtechnik, diese zuvor auf dem zu färbenden Tex-
 tilgut aufgebracht worden sind. Sie liegen unabhängig von

der Art der Applikation nach der Fixierung in reduzierter Form auf der Faser vor und müssen jeweils zum unlöslichen Farbstoff reoxidiert werden. Daraus folgt, daß beim beanspruchten Verfahren aber auch Schwefelfarbstoffe anderer
5 Herkunft, z.B. verküpte Schwefelfarbstoffe (C.I. Sulphur Dyes), Leukoschwefelfarbstoffe (C.I. Leuco Sulphur Dyes) und durch Thiosulfato-Gruppen löslich gemachte Schwefelfarbstoffe (C.I. Solubilised Sulphur Dyes), wie sie in den deutschen Offenlegungsschriften DE-A1-33 12 162 und
10 DE-A1-33 38 267 erwähnt werden, als Bestandteil in die erfindungsgemäß angewendeten Farbstoff-Gemische mit einbezogen sein können.

Die vorliegende Erfindung ist prinzipiell anwendbar auf
15 Textilmaterial, welches aus Polyester-/Cellulose-Fasermischungen besteht, wobei in einem solchen Fall in den Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffe enthaltenden Farbstoffzubereitungen dann zusätzlich alkalistabile Dispersionsfarbstoffe zugegen sein und somit zwecks Colorierung
20 der Polyesterfaserkomponente an dem erfindungsgemäßen Dessinierungsvorgang aktiv teilhaben können. Die Fixierung der von den beiden anderen Farbstofftypen wesensverschiedenen Dispersionsfarbstoffe erfolgt vor der Überführung der Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffe in ihre reduzierte
25 Form (Verküpfung) sowie den sich anschließenden Maßnahmen zum Reoxidieren und Seifen unter alkalischen Bedingungen; sie kann durch Thermosolieren oder im HT-Ausziehprozeß stattfinden. Hieraus werden die Vorteile dieser Erfindung deutlich, gemäß der einerseits durch die Verwendung von in
30 der Wärme Hypochlorit abspaltenden Mitteln ein betriebssicheres und wirtschaftliches Verfahren zur alkalischen Reoxidation von Küpen- und Schwefelküpenfarbstoffen und vor allem auch in Kombination miteinander realisiert wird, das der bekannten alkalischen Reoxidation mit Wasserstoffper-
35 oxid überlegen ist, und sich andererseits als Folge der milden Oxidationswirkung der dafür erfindungsgemäß verwen-

- deten Chemikalien keine Probleme hinsichtlich von gegebenenfalls mit beteiligten Dispersionsfarbstoffen einstellen. Aufgrund dieser durch die Möglichkeit einer Mitverwendung von Dispersionsfarbstoffen gegebenen Ausgestaltung der
- 5 Erfindung erfährt das neue Verfahren eine wesentliche Bereicherung, weil damit im Handel befindliche Sortimente von Farbstoffmischungen auf der zuvor erwähnten Basis, in denen Kombinationen sowohl aus Dispersions- und Küpenfarbstoffen als auch aus Dispersions- und Schwefelküpen-
- 10 farbstoffen nebeneinander vorliegen, dann gemeinsam oxidiert und somit zur gleichzeitigen Colorierung beider Fasertypen ohne färberische Schwierigkeiten benutzt werden können.
- 15 Die in den nachfolgenden Beispielen aufgeführten Prozentangaben bedeuten Gewichtsprocente und sind im Falle der Angaben für die Flottenaufnahme auf das Gewicht der trockenen Ware bezogen.

Beispiel 1

Ein 100%iges Baumwollgewebe wird nach dem sogenannten Klotz-Dämpf-Verfahren für Küpenfarbstoffe mittels

10 g/l des Farbstoffes Vat Red 14 mit der C.I.-Nr. 71110
5 behandelt, indem man die Warenbahn aus 25°C warmem, wäßri-
gen Medium vom pH-Wert etwa 5,5 sowie in Gegenwart eines
anionischen Tensides mit einer Pigmentsuspension aus dem
unlöslichen Farbmittel bei einer Flottenaufnahme von 45 %
klotzt und danach bei etwa 115°C trocknet. Diese Imprägnie-
10 rung wird nun mit einer wäßrigen Verküpfungsflotte auf
Basis von Hydrosulfit/Natronlauge mit 60 % Flottenauftrag
übergeklotzt und zur Reduktion des Farbstoffes unter Über-
führung in die Leukoform samt Fixierung derselben auf der
Faser für kurze Zeit mit luftfreiem Sattdampf von 105°C
15 gedämpft.

Zur Rückbildung des Farbpigmentes sowie Seifen der erzeug-
ten Küpenfärbung wird sodann nach dem Verlassen des
Dämpfers wie folgt vorgegangen:

20

In den beiden ersten Kästen der für die Durchführung oben-
genannter Arbeitsgänge dienenden Breitwaschmaschine wird
das Behandlungsgut zunächst mit Wasser kalt gespült. Wäh-
rend der Passage (Verweilzeit durchschnittlich 20 sec)
25 durch das 3. und 4. Abteil wird daraufhin unter der Einwir-
kung von

3 g/l p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid-Natrium,

1 g/l Soda kalz. und

1 g/l Oleylmethyltaurin

30

aufweisenden wäßrigen Bädern der auf dem Gewebe applizier-
te Leukofarbstoff bei 95°C reoxidiert, und die hierbei
entwickelte Färbung wird zugleich geseift, welche letztere
man im 5. Abteil, das mit einer wäßrigen Flotte unter Zu-
satz von

35

0,5 g/l Soda und

0,5 g/l Oleylmethyltaurin

beschickt ist, einer abermaligen Seifung bei 98°C unter-
zieht. In den Abteilen 6 und 7 wird die so gefärbte Ware
dann erneut mit Wasser gespült sowie mittels einer 3 g/l
Essigsäure enthaltenden Flotte abgesäuert. Abschließend
5 wird das Textilmaterial abgespritzt und fertiggestellt.

Trotz der schwierigen Reoxidierbarkeit des gemäß diesem
Beispiel benutzten Farbstoffes erhält man erfindungsgemäß
eine voll ausoxidierte und ausgeseifte Scharlachfärbung des
10 Gewebes, wie Vergleiche mit auf bekannte Weise sorgfältig
oxidierten Proben ergeben haben.

Beispiel 2

80 kg eines 100%igen Baumwollgarns auf Kreuzspulen werden
15 im Garnfärbeapparat bei einem Flottenverhältnis von 1:10
sowie unter wechselnder Zirkulationsrichtung mit einer
wässrigen Flotte, welche - bezogen auf das Gewicht der
trockenen Ware -

3 % des Schwefelküpenfarbstoffes Vat Blue 43
20 mit der C.I.-Nr. 53630

und weiterhin noch

5 cm³/l Natronlauge 32,5 %ig,
4 g/l Hydrosulfit sowie
2 g/l eines schaumarmen Netzmittelgemisches auf Basis
25 einer Kombination anionischer und nichtionischer
Tenside

enthält, nach dem üblichen Ausziehverfahren 45 min bei 90°C
gefärbt.

30 Danach wird das Bad samt dem in dieser Weise behandelten
Textilgut auf 70°C abgekühlt und letzteres zunächst mit
Wasser im Überlauf klar gespült. Ohne Badwechsel werden der
Spülflotte dann zwecks Farbstoff-Entwicklung durch Reoxi-
dation bei gleichzeitigem Seifen der entstandenen Färbung

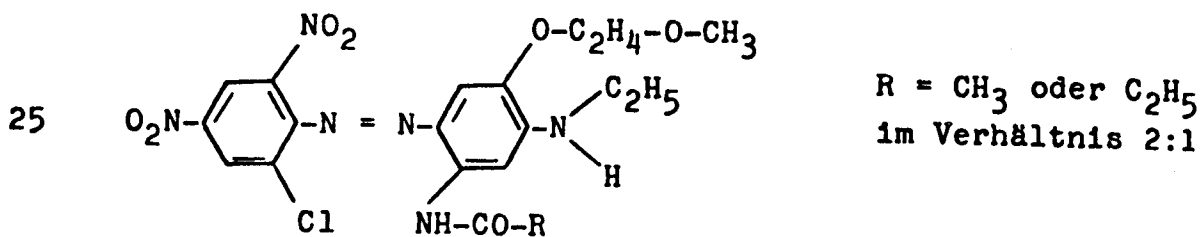
35 1 % p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid-Natrium,
1 g/l Soda und
1 g/l Oleylmethyltaurin

zugemischt. Man erwärmt dieses Bad zunächst auf 40°C, hält es 10 bis 15 min bei dieser Temperatur, erneuert das Bad daraufhin zur Hälfte, wobei es noch einmal mit 0,5 g/l Oleylmethyltaurin beschickt wird, und seift die so gefärbte Ware nunmehr bei Kochtemperatur weitere 10 min lang. Erneutes Spülen und Trocknen beenden den Färbeprozess.

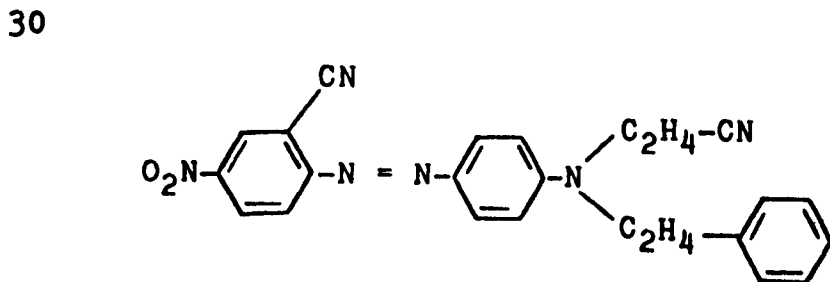
Man erhält eine kräftige, echte Blaufärbung der Spulen. Im Gegensatz zur herkömmlichen Oxidation mittels Wasserstoffperoxid aus alkalischem Medium tritt erfindungsgemäß keine Mantelbildung und auch keine Verminderung der Waschechtheit der Färbung auf.

Beispiel 3

Ein Polyesterfaser-/Baumwolle-Mischgewebe (im Verhältnis von 65:35) soll entsprechend einer kontinuierlichen Technik mit Farbstoffgemischen aus Dispersionsfarbstoffen und Küpen- bzw. Schwefelküpenfarbstoffen echt gefärbt werden. Dazu wird eine wässrige Klotzflotte angesetzt, welche 30 g/l einer handelsüblichen Farbstoffmischung aus 17,5 % des blauen Dispersionsfarbstoffes der Formel



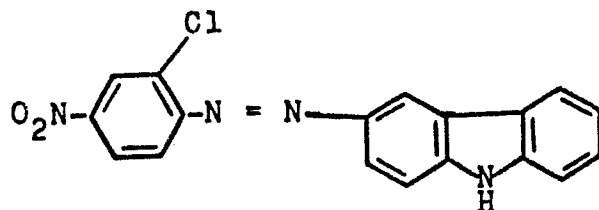
2,7 % des roten Dispersionsfarbstoffes der Formel



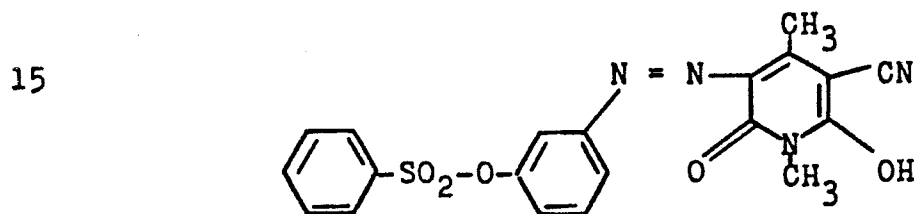
und

16,5 % des Schwefelküpenfarbstoffes Vat Blue 43
mit der C.I.-Nr. 53630,

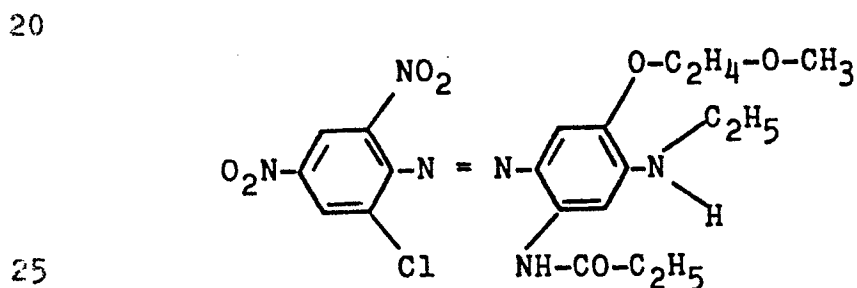
10 g/l einer handelsüblichen Farbstoffmischung aus
5 8,5 % des orangen Dispersionsfarbstoffes der Formel



2,4 % des gelben Dispersionsfarbstoffes der Formel



20 2,8 % des blauen Dispersionsfarbstoffes der Formel



und

26,2 % des Küpenfarbstoffes Vat Green 14 mit der
C.I.-Nr. 58830,

sowie weiterhin noch

30 10 g/l eines Klotzhilfsmittels mit Verdickungswirkung
auf Basis eines Polyacrylderivates sowie
2 g/l eines Netzmittels auf Basis einer Kombination
anionischer und nichtionischer Tenside
enthält, und mittels Essigsäure den pH-Wert von 6 einge-
35 stellt ist.

Mit der so bereiteten Flotte klotzt man nun die Ware bei
Raumtemperatur sowie einer Flottenaufnahme von 60 %, wo-

nach das Farbgut kontinuierlich bei 120°C getrocknet und 1 min bei 215°C thermosoliert wird.

Anschließend wird diese Imprägnierung zur Farbstoffverkü-
5 pung mit einer wäßrigen Flotte, enthaltend
 100 cm³/l Natronlauge 32,5 %ig und
 55 g/l Hydrosulfit,
bei 60 % Flottenaufnahme übergeklotzt und 60 sek bei 102°C
luftfrei gedämpft.

10

Zur Farbstoff-Entwicklung läßt man das so behandelte
Mischgewebe durch eine Breitwaschmaschine laufen und spült
es dort in den ersten zwei Abteilen zunächst mit kaltem
Wasser und dann im 3. Abteil mit Wasser von 50°C. Im 4. und
15 5. Abteil findet daraufhin im Zuge der Einwirkung eines
98°C heißen, wäßrigen Entwicklungsbades aus

4 g/l p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid-Natrium
1 g/l Soda kalz. und
1 g/l Oleylmethyltaurin

20 die Reoxidation der auf dem Substrat fixierten Leukofarb-
stoffe statt, verbunden mit gleichzeitigem Seifen der er-
zeugten Färbung. In den folgenden weiteren Abteilen wird
die letztere mit Wasser erneut gespült, mittels Essigsäure
abgesäuert und nach abermaligem Spülen schließlich fertig-
25 gestellt. Im Anschluß an das Trocknen erhält man eine Ton-
in-Ton-Marineblaufärbung des Mischgewebes auf beiden
Faserkomponenten.

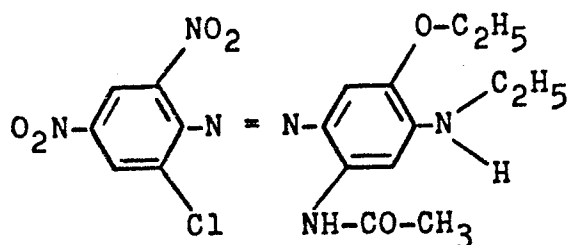
Bei einer auf bekannte Art durchgeführten alkalischen
30 Reoxidation der gleichen Färbung mittels Wasserstoff-
peroxid ist das Färberesultat wegen des verschiedenen
Reoxidationsverhalten von Küpen- und Schwefelküpenfarb-
stoff problematisch und führt nicht selten zu Nuancenunter-
schieden innerhalb einer Partie. Mit dem erfindungsgemäßen
35 Reoxidations-/Seif-Prozeß sind hingegen diese Schwierig-
keiten nicht zu erwarten.

Beispiel 4

In einem HT-Färbeapparat sind 240 kg eines Polyester-/
Baumwolle-Mischgarnes (im Verhältnis von 65:35) auf Kreuz-
spulen bei einem Flottenverhältnis von 1:12 nach der Auszieh-
5 methode zu färben. Man setzt die dazu vorgesehene wäßrige
Flotte, welche - bezogen auf das Gewicht des trockenen
Farbgutes -

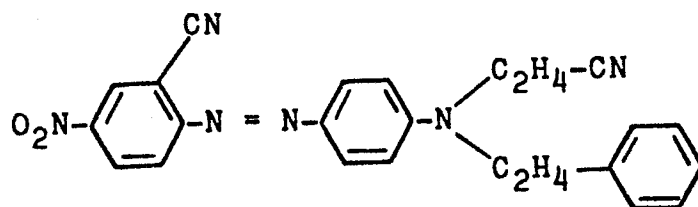
2,8 % einer handelsüblichen Farbstoffmischung aus
17,5 % des blauen Dispersionsfarbstoffes der Formel

10



2,7 % des roten Dispersionsfarbstoffes der Formel

20



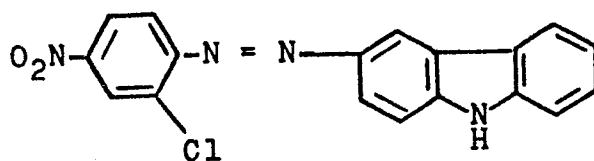
und

25

16,5 % des Schwefelküpenfarbstoffes Vat Blue 43
mit der C.I.-Nr. 53630,

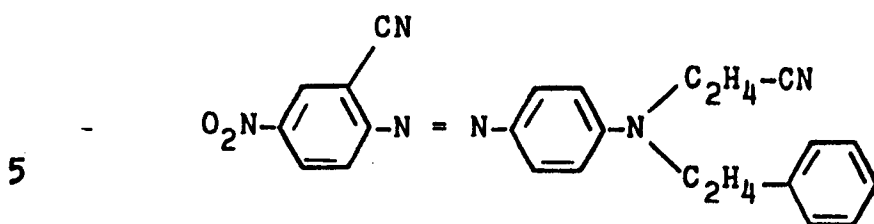
0,2 % einer handelsüblichen Farbstoffmischung aus
13,1 % des orangen Dispersionsfarbstoffes der Formel

30



35

0,75 % des roten Dispersionsfarbstoffes der Formel



15 % des Küpenfarbstoffes Vat Yellow 33 mit der
C.I.-Nr. 65429 und
10 5 % des Küpenfarbstoffes Vat Red 14 mit der
C.I.-Nr. 71110
sowie 1,5 g/l des Natrium-Salzes von 2,2'-Dinaphthylmethan-
6,6'-disulfonsäure (als Dispergiermittel)
aufweist, bei 60°C an und stellt den pH-Wert derselben mit-
15 tels Essigsäure auf 4,5 ein.

Dann wird die so zubereitete Färbeflotte auf 135°C hochge-
heizt und die Ware wird nun damit unter wechselnder Zirku-
lationsrichtung 35 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt.
20 Nach dem Abkühlen des Bades samt den in dieser Weise be-
handelten Garnspulen auf 80°C setzt man dem Färbegefäß
ohne vorherigen Flottenwechsel - in der angegebenen Reihen-
folge - zunächst
15 cm³/l Natronlauge 32,5 %ig und
25 5 g/l Hydrosulfit
und nach weiteren 10 Minuten Zirkulation ferner noch
20 g/l Glaubersalz kalz.
hinzu und beläßt bei 80°C sowie fortdauernder Flottenum-
wälzung das Textilgut zur Farbstoffverküpfung insgesamt
30 30 Minuten unter dem Einfluß der angewandten Reduktions-
bedingungen.

Nach dem Ablassen des vorgängig benutzten Bades wird die
Ware mit Wasser gespült und daraufhin werden unter der
35 Einwirkung eines wäßrigen Entwicklungsbades, enthaltend
beim gleichen Flottenverhältnis von 1:12

- 6 kg eines Gemisches aus
40 % Oleylmethyltaurin,
40 % p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid-Natrium sowie
20 % Soda kalz.,
der auf das Fasermaterial aufgezogene Leukofarbstoff bei
5 80°C reoxidiert und die erstellte Färbung zugleich ge-
seift. Ein weiteres kochendes Seifen von etwa 10 Minuten
im wäßrigen Medium unter Zusatz von
0,5 g/l Oleylmethyltaurin und
0,5 g/l Soda
10 sowie abermaliges warmes und kaltes Spülen mit Wasser be-
enden sodann die Färbung.

Man erhält eine egale marineblaue Färbung des Mischgarnes
auf den beiden Faserkomponenten.

- 15 Wird hingegen die Reoxidation zur Entwicklung der laut
obigem Färberezept beteiligten Leukofarbstoffe unter
hergebrachten Bedingungen im alkalischen Bad mittels
2 % Wasserstoffperoxid (33 %ig) und
20 1 g/l Soda kalz.
bei 60°C vollzogen, dann besteht für das färberische
Resultat die Gefahr, durch ungleiche Oxidation der Küpen-
bzw. Schwefelküpen-Farbstoffanteile eine sogenannte Man-
telbildung der Färbung auf der solchermaßen behandelten
25 Garnwicklung zu verursachen.

Patentansprüche:

1. Verfahren zum einbadigen Reoxidieren und Seifen von Färbungen mit Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffen, welche zuvor in reduzierter Form auf ein Cellulosefasern enthaltendes Textilmaterial aufgebracht und dort fixiert worden sind, aus alkalischem Medium, dadurch gekennzeichnet, daß man das mit den obigen Farbstoffen für sich allein oder in Kombination miteinander behandelte Textilgut zur Farbstoff-Entwicklung der oxidierenden Einwirkung einer wäßrigen Lösung von in der Wärme Hypochlorit abspaltenden Chemikalien bei pH-Werten oberhalb 8 sowie einer Temperatur zwischen 15°C und Kochpunkt der Flotte aussetzt und gleichzeitig mit der Oxidation im selben Bad den Seifvorgang unter Zuhilfenahme von vorzugsweise anionischen, gegenüber Hypochlorit unempfindlichen Tensiden vornimmt oder einleitet.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Oxidationsmittel vom Typ in der Wärme Hypochlorit abspaltender Chemikalien N-chlorierte Aryl- bzw. Alkylaryl-sulfonsäureamide und/oder N-chlorierte Isocyanursäuren einsetzt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Oxidationsmittel die Natriumsalze von p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid, Benzolsulfonsäure-N-chloramid, 1-Benzolsulfonsäure-N-chloramid-3-carbonsäure oder o-Toluolsulfonsäure-N-chloramid, oder p-Toluolsulfonsäure-N,N-dichloramid oder Dichlorisocyanursäure einzeln oder in Mischung miteinander einsetzt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als anionische Tenside Oleylmethyltaurin oder oleylisethionsaures Natrium einzeln oder in Mischung miteinander einsetzt.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man die Maßnahmen zum Reoxidieren und Seifen bei Temperaturen von 35° bis 100°C vornimmt.
- 5 6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man die Maßnahmen zum Reoxidieren und Seifen bei pH-Werten von 8 bis 12 vornimmt.
- 10 7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Maßnahmen zum Reoxidieren und Seifen kontinuierlich vornimmt.
- 15 8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Maßnahmen zum Reoxidieren und Seifen diskontinuierlich vornimmt.
- 20 9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4 zum einbadigen Reoxidieren und Seifen von Färbungen mit Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffen auf Textilmaterial aus Polyester-/Cellulose-Fasermischungen, dadurch gekennzeichnet, daß in den obige Farbstoffe für sich allein oder im Kombination miteinander enthaltenden Zubereitungen zusätzlich alkalistabile Dispersionsfarbstoffe zugegen sind, sowie Fixierung derartig aufgebracht Dispersionsfarbstoffe vor der Überführung der Küpen- und/oder Schwefelküpenfarbstoffe in ihre reduzierte Form.
- 25 10. Oxidations- und Nachseifmittel zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 9, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einer Mischung aus:
 - 20 bis 80 Gewichtsteilen von in der Wärme Hypochlorit abspaltenden Chemikalien und
 - 80 bis 20 Gewichtsteilen eines vorzugsweise anionischen, hypochloritbeständigen Tensides.
- 30 11. Oxidations- und Nachseifmittel nach Anspruch 10, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einer Mischung aus:
- 35

- 20 bis 80 Gewichtsteilen von Oxidationsmitteln vom Typ N-chlorierter Aryl- bzw. Alkylarylsulfonsäureamide und/oder N-chlorierter Isocyanursäuren und
- 5 80 bis 20 Gewichtsteilen von anionischen Tensiden vom Typ Oleylmethyltaurin und/oder oleyl-
isethionsauren Natriums.
12. Oxidations- und Nachseifmittel nach Anspruch 10, dadurch
10 gekennzeichnet, daß zur Oxidation die Natriumsalze von p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid, Benzolsulfonsäure-N-chloramid, 1-Benzolsulfonsäure-N-chloramid-3-carbonsäure oder o-Toluolsulfonsäure-N-chloramid, oder p-Toluolsulfonsäure-N,N-dichloramid oder Dichlorisocyanursäure einzeln oder in Mischung miteinander vorgesehen
15 sind.
13. Oxidations- und Nachseifmittel zur Durchführung des Ver-
fahrens nach Anspruch 7 bestehend aus einer Mischung
20 von
- 20 bis 80 Gewichtsteilen p-Toluolsulfonsäure-N-chloramid-Natrium,
80 bis 20 Gewichtsteilen Oleylmethyltaurin und
20 bis 50 Gewichtsteilen Soda calc.