

Prüfung von Tensiden und Textilhilfsmitteln
**Prüfung der Wirkung von Egalisierungsmitteln beim Färben
von Polyester-Textilien mit Dispersionsfarbstoffen
unter Hochtemperatur-Bedingungen**
Prüfung der Migrierwirkung

DIN
54 290
Teil 1

Testing of surface-active agents and textile auxiliaries; testing of the action of levelling agents on dyeing polyester textiles with disperse dyes under high-temperature conditions; testing of the migration action

Essais des agents de surface et des produits auxiliaires textiles; contrôle de l'action des agents égalisants avec des colorants dispersés au cours de la teinture à haute température des textiles polyester; essai de l'effet migrateur

Die Angabe % bedeutet in dieser Norm Massenanteile in % (bisher Gew.-% genannt).

Angaben der Dichte ρ beziehen sich auf die Dichte bei 20 °C.

1 Anwendungsbereich und Zweck

Für das Färben von Polyester-Textilien mit Dispersionsfarbstoffen im Ausziehverfahren verwendet man neben anderen Hilfsmitteln (z. B. Dispergiermitteln) häufig auch Egalisierungsmittel. Diese können u. a. eine Beschleunigungswirkung oder eine Bremswirkung (Retardierung), eine Migrierwirkung, eine Rückhaltewirkung (Retentionswirkung) und eine Ausgleichwirkung aufweisen.

Das vorliegende Prüfverfahren dient zur Prüfung der Migrierwirkung solcher Egalisierungsmittel unter Hochtemperatur-Bedingungen. Dabei wird als Prüfmaterial das DEK-Begleitgewebe aus Polyester verwendet.

2 Begriffe

2.1 Färben bei Hochtemperatur

Färbeprozess (in Wasser) unter Druck oberhalb des atmosphärischen Siedepunktes, vorzugsweise bei 120 bis 140 °C.

2.2 Egalisierungsmittel

Produkte, die dazu bestimmt sind, eine gleichmäßige Verteilung des Farbstoffes im Textilgut zu fördern.

2.3 Migrierwirkung

Eigenschaft eines Färbereihilfsmittels, das Wandern (= Migrieren) eines im Textilgut eventuell ungleichmäßig verteilten Farbstoffes zu fördern.

Beim vorliegenden Prüfverfahren erfolgt das Wandern des Farbstoffes vom gefärbten zum ungefärbten Faserstoff über das Färbepad.

2.4 Ausgleichwirkung

Eigenschaft eines Färbereihilfsmittels, bei Vorliegen ungleichmäßiger Bedingungen innerhalb einer Partie (z. B. Material- oder Temperaturunterschieden) das Entstehen einer Unegalität zu verhindern oder diese zu verringern.

2.5 Beschleunigungswirkung

Eigenschaft eines Färbereihilfsmittels, die Aufziegeschwindigkeit von Farbstoffen zu erhöhen. Dadurch benötigt man für die Färbung eine kürzere Färbezeit. Aufgrund der Beschleunigungswirkung eines Färbereihilfsmittels kann auch bei einer bestimmten Färbezeit die Farbausbeute verbessert werden.

2.6 Bremswirkung (Retardierung)

Eigenschaft eines Färbereihilfsmittels, den Aufziehvorgang (Aufziegeschwindigkeit) des Farbstoffs auf das Substrat zu verlangsamen (abzubremsen).

2.7 Rückhaltewirkung (Retentionswirkung)

Eigenschaft eines Färbereihilfsmittels, die Baderschöpfung im Färbegleichgewicht zu erniedrigen.

2.8 Migrierzahl

Quotient aus den nach dem Migrierversuch – wie unten beschrieben – bestimmten Farbstoffkonzentrationen auf dem vorher ungefärbten (Begleit-)Material und auf dem vorher gefärbten (Ausgangs-)Material.

Anmerkung: Anstelle der aus den Extraktionsmessungen bestimmten Farbstoffkonzentrationen können auch die aus den Remissionsmessungen oder aus den Vergleichen mit den Schattenskalen festgestellten Farbstärken eingesetzt werden. Da die Migrierzahlen für die Farbstärken von denen für die Farbstoffkonzentrationen abweichen können, ist eine entsprechende Angabe erforderlich.

2.9 Migriereepekt

Quotient aus der Migrierzahl mit Egalisierungsmittel und der Migrierzahl ohne Egalisierungsmittel. Der Migriereepekt ist ein Maß für die Migrierwirkung eines Egalisierungsmittels.

2.10 Richttyptiefe

Siehe DIN 54 000, Ausgabe Dezember 1969, Abschnitt 10.1.

2.11 Blinde Flotte

Behandlungsbad, das alle für das in Frage kommende Färbverfahren normalerweise verwendeten Chemikalien und Hilfsmittel, jedoch keine Farbstoffe, enthält.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Gefärbtes Prüfgewebe wird gemeinsam mit der gleichen Menge nicht gefärbten Prüfwebes im geschlossenen Gefäß 60 min bei 120 °C in einer blinden Flotte behandelt, reduktiv gereinigt und mit Heißluft nachfixiert. Die Farbstoffkonzentration auf den Geweben wird bestimmt und aus diesen Werten Migrierzahl und Migriereepekt berechnet.

4 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens nach DIN 54 290 Teil 1 (01) zur Prüfung der Migrierwirkung (A):

Prüfung DIN 54 290 – 01 – A

5 Geräte und Prüfmittel

5.1 Prüfgewebe

DEK-Begleitgewebe aus Polyester der Firma Filter-Löffler GmbH, 5064 Rösrath. Das Gewebe wird im Originalzustand nicht vorfixiert verwendet.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

5.2 Geräte

- Allgemeine Laboratoriumsgeräte
- Färbegerät, bei dem mit geschlossenen Bechern gearbeitet werden kann und auf dem Behandlungstemperaturen bis zu 140 °C erreicht werden können. Die Temperaturabweichungen von Becher zu Becher sollen weniger als 1 °C betragen.
- Photometer zur Messung der Extinktion im sichtbaren Spektralbereich
- Extraktionsapparat z. B. nach Baumgarte *)
- pH-Meter zur Kontrolle der Färbepäder

5.3 Chemikalien, Hilfsmittel und Farbstoffe

- Destilliertes oder vollentsalztes Wasser für Stammlösungen und Stammdispersionen
- Neutrales Wasser mit einer Härte von weniger als 53 mg CaCO_3/kg , das zum Ansetzen aller Flotten verwendet werden soll
- Dispergiemittel auf der Basis von Naphthalinsulfonsäure-Formaldehyd-Kondensationsprodukt *)
- Essigsäure, 60%ig
- Natriumacetat krist.
- Monochlorbenzol
- Natronlauge (Dichte $\rho = 1,357 \text{ g/ml}$) entsprechend einem Gehalt von 441 g NaOH im Liter Lösung
- Natriumdithionit (Natriumhydrosulfit) mit mindestens 85 % $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$
- Universalindikatorpapier
- Dispersionsfarbstoff C. I. Disperse Blue 148

5.4 Stammlösungen und Stammdispersionen

Egalisiermittel-Stammlösung

10 g des zu prüfenden Egalisiermittels in 100 ml Lösung; angesetzt im Meßkolben nach Vorschrift des Herstellers

Dispergiemittel-Stammlösung

10 g wasserfreies, pulverförmiges Dispergiemittel nach Abschnitt 5.3 in 100 ml Lösung

Natriumacetat-Stammlösung

10 g Natriumacetat krist. in 100 ml Lösung

Essigsäure-Stammlösung

10 g Essigsäure, 60%ig, in 100 ml Lösung

Natriumdithionit-Stammlösung

(Mittel zur Nachreinigung)

20 ml Natronlauge (Dichte $\rho = 1,357 \text{ g/ml}$) und 10 g Natriumdithionit in 100 ml Lösung. Diese Lösung ist in einem geschlossenen Gefäß etwa 12 h haltbar.

Prüffarbstoff-Stammdispersion

1 g Prüffarbstoff wird unter Rühren in 50 bis 75 ml Wasser mit einer Temperatur von 40 bis 50 °C eingestreut. Dann wird auf Raumtemperatur abgekühlt und im Meßkolben auf 100 ml aufgefüllt.

Anmerkung: Sollten bei Verwendung des Farbstoffes Dispergierschwierigkeiten auftreten, kann vor dem Einstreuen des Prüffarbstoffes dem Wasser 1 g/l eines handelsüblichen Dispergiemittels auf der Basis eines Naphthalinsulfonsäure-Formaldehyd-Kondensationsproduktes zugesetzt werden.

6 Durchführung der Versuche

6.1 Herstellung der Ausgangsfärbungen

Die Färbeflotten (Flottenverhältnis 1 : 40) werden wie folgt bereit: In etwa die Hälfte der notwendigen Menge Wasser werden je Liter Färbeflotte 10 ml Dispergiemittel-Stammlösung, 10 ml Natriumacetat-Stammlösung und die zur Her-

stellung einer Färbung von 1/1 Richttyptiefe notwendige Menge Prüffarbstoff-Stammdispersion zugegeben ¹⁾). Nun wird mit Wasser auf das fast notwendige Volumen aufgefüllt und mit Essigsäure auf pH 4,5 eingestellt. Der pH-Wert wird mit einem pH-Meter überprüft und gegebenenfalls korrigiert. Danach füllt man endgültig auf das notwendige Flottenvolumen auf und fügt das zu färbende Gewebe zu. Die Färbefläße werden geschlossen und in das vorher auf 50 °C gebrachte Färbepä eingbracht. Die Färbetemperatur wird nunmehr in 40 min auf 130 °C erhöht, dann wird 90 min bei dieser Temperatur gefärbt. Danach werden die Färbefläße unter fließendem Wasser auf Raumtemperatur abgekühlt und geöffnet.

Das gefärbte Gewebe wird anschließend nach Abschnitt 6.3 reduktiv nachgereinigt und bei Raumtemperatur, also nicht mit Heißluft, getrocknet.

6.2 Migrierversuch

Je ein gleich großes Stück des vorgefärbten Materials (Ausgangsfärbung) und des ungefärbten Materials werden übereinandergelegt und so zusammengerollt, daß das gefärbte Material die äußere Lage bildet. Die Rolle wird nun mit einem Baumwollfaden umschlungen und so fest gebunden, daß sie zwar lose bleibt, sich aber bei der anschließenden Behandlung nicht öffnen kann. Die Materialstücke sollen so groß sein, daß die Becher zu etwa $\frac{2}{3}$ ihres Inhalts mit der Flotte (Flottenverhältnis 1 : 40, bezogen auf die gesamte Gewebemenge) gefüllt werden und das Textilgut damit bedeckt bleibt.

Die blinden Flotten werden wie folgt bereit:

In etwa die Hälfte der notwendigen Menge Wasser werden je Liter Färbeflotte 10 ml Dispergiemittel-Stammlösung, 10 ml Natriumacetat-Stammlösung und 2,5; 5; 10 und 20 ml Egalisiermittel-Stammlösung zugegeben. Dann wird mit Wasser auf das fast notwendige Volumen aufgefüllt und mit Essigsäure auf pH 4,5 eingestellt. Danach füllt man endgültig auf das notwendige Flottenvolumen auf und fügt die vorbereiteten Proben zu. Die Färbefläße werden geschlossen, in das vorher auf $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ gebrachte Bad des Färbegerätes eingbracht und 60 min darin behandelt. Dann werden die Färbefläße sofort im fließenden kalten Wasser abgekühlt. Jeweils beide Gewebeproben werden nach Abschnitt 6.3 nachbehandelt.

Anmerkung: Für die Prüfung der Migrierwirkung der Egalisiermittel ist eine Färbetemperatur von 120 °C gegenüber der in der Praxis beim Färben von Polyester meist angewandten Temperatur von 130 °C vorteilhafter, weil bei höheren Temperaturen die Migriereeekte je nach Farbstoff z. T. bereits so hoch sind, daß die Differenzen zwischen den zu prüfenden Produkten geringer werden. Ebenso ist es ungünstiger, kürzere Migrierzeiten als 60 min zu verwenden. Die Egalität der Anfärbung des Begleitmaterials ist bei kürzeren Zeiten geringer, dadurch wird die Messung der Farbstoffkonzentration ungenauer. Aus dem gleichen Grund ist es auch vorteilhafter, die Prüfung bei dem relativ langen Flottenverhältnis von 1 : 40 durchzuführen.

6.3 Nachbehandlung

Nach dem Färben bzw. nach dem Migrierversuch werden die Prüfegewebe 10 min kalt gespült und 15 min bei 50 °C mit 20 ml Natriumdithionit-Stammlösung je Liter Flotte in

*) Über Bezugsquellen gibt Auskunft:

DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 4-10, 1000 Berlin 30.

1) Die einer 1/1 Richttyptiefe entsprechende Farbstoffkonzentration kann man beim Farbstoffhersteller erfragen.