

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

②① Anmeldenummer: **78100161.5**

⑤① Int. Cl.2: **C09B45/48, C08L77/00**

②② Anmeldetag: **15.06.78**

③① Priorität: **23.06.77 CH 7722/77**

⑦① Anmelder: **CIBA-GEIGY AG, Patentabteilung Postfach, CH-4002 Basel (CH)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: **24.01.79**
Patentblatt 79/2

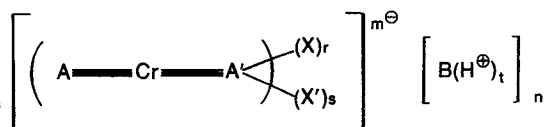
⑦② Erfinder: **Lienhard, Paul, Dr., Im Kirschgarten 14, CH-4402 Frenkendorf (CH)**
Iqbal, Abul, Dr., Im Schallengarten 1, CH-4107 Ettingen (CH)
Peter, Heinz, Dr., Tulpenweg 5, CH-4310 Rheinfelden (CH)

⑧④ Benannte Vertragsstaaten: **CH DE FR GB NL**

⑤④ Verfahren zum Färben linearer Polyamide in der Masse mit Salzen von 1:2 Chromkomplex-monoazofarbstoffen; die damit erzeugten Fasern; Farbstoffsalze aus Chromkomplex-monoazofarbstoffen und Aminen.

⑤⑦ Verfahren zur Färben linearer Polyamide in der Masse unter Verwendung von Salzen aus 1:2-Chromkomplexen von Monoazofarbstoffen und Aminen enthaltend 1-18 C-Atome.

Farbstoffe der Formel



worin

A, A' gleiche oder verschiedene Reste von Azofarbstoffen, die nach Abspaltung von 2 Protonen unter Bildung von 2 Ringen an das Cr gebunden sind,

X eine nicht an Cr gebundene -COO oder eine -SO₃-Gruppe,

X' eine Sulfamoyl-, Alkylsulfonyl oder eine gegebenenfalls substituierte Phenylsulfonylgruppe,

B ein Mono-, Di- oder Triamin mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen,

m und t die Zahlen 1 bis 3, r = m - 1, n = $\frac{m}{t}$, s die

Zahlen 2 oder 4, wenn m = 1 und s = 0, wenn m = 2 oder 3 bedeuten.

EP 0 000 331 A1

BEZEICHNUNG GEÄNDERT
siehe Titelseite

3-11208+

Verfahren zum Färben linearer Polyamide in der Masse

Es ist bekannt, dass zur Massefärbung synthetischer Polyamide die Alkalisalze der 1:2 Metallkomplexe von Monoazofarbstoffen verwendet werden können (siehe z.B. GB-PS 1 021 737 und 1 264 191 und FR-PS 1 547 128).

Diese haben jedoch den Nachteil, dass sie in der Regel, mit anorganischen Salzen verunreinigt, polymerunlösliche Rückstände ergeben, die zu einer starken Belegung der Sieb- oder Filteranlagen führen und einen grossen Reinigungsaufwand notwendig machen.

Oft halten die als Alkalisalze isolierten Farbkörper hartnäckig Wasser zurück oder nehmen beim Lagern nach scharfer Trocknung wieder Wasser auf, das während des Spinnprozesses zu Polymerabbau oder zu Korrosion in der Spinnanlage führen kann.

- 2 -

Es wurde nun gefunden, dass diese Misstände vermieden werden, wenn man zum Färben linearer Polyamide in der Masse Salze von 1:2-Chromkomplexen von Monoazofarbstoffen mit Aminen enthaltend 1 - 18 C-Atome verwendet. Solche Farbsalze enthalten wesentlich weniger anorganische Salze und Wasser und sind auch weniger hygroskopisch. Zudem lassen sie sich nach der Synthese des Farbkörpers besonders einfach und vollständig isolieren.

Die zu verwendenden Farbstoffe entsprechen vorzugsweise der Formel



worin

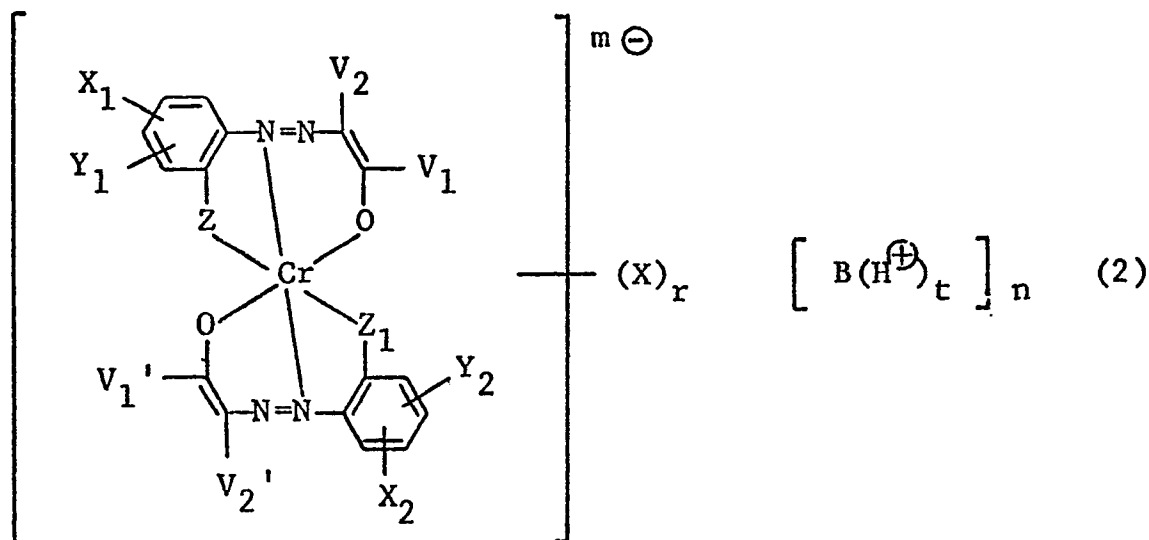
A, A' gleiche oder verschiedene Reste von Azofarbstoffen, die nach Abspaltung von 2 Protonen unter Bildung von 2 Ringen an das Cr gebunden sind

X eine nicht an Cr gebundene -COO oder eine -SO₃-Gruppe

B ein Mono-, Di- oder Triamin mit 1 - 18 C-Atomen

m und t die Zahlen 1-3, r = m-1 und n = $\frac{m}{t}$ bedeuten.

Bevorzugt sind Farbstoffe der Formel



worin

B, X, r, m, t und n die oben angegebene Bedeutung haben,

X_1 und X_2 H-Atome, Alkyl-, Alkoxy- oder Alkylsulfonylgruppen

mit 1 - 6 C-Atomen, Alkanoylaminogruppen

mit 2 - 6 C-Atomen oder Gruppen der Formel

SO_2NRR' bedeuten, worin R ein H-Atom, eine Alkyl-

gruppe mit 1 - 6 C-Atomen, eine Hydroxyalkylgruppe

mit 2 - 6 C-Atomen, eine Alkoxyalkylgruppe

mit 3 - 8 C-Atomen oder einen gegebenenfalls

durch Halogenatome, Alkylgruppen mit 1 - 4 C-Atomen

substituierten Phenylrest, R' ein H-Atom,

eine Alkylgruppe mit 1 - 6 C-Atomen oder eine

Hydroxyalkylgruppe mit 2 - 6 C-Atomen,

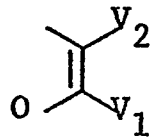
Y_1 und Y_2 H- oder Halogenatome oder Alkylgruppen mit 1 - 6

C-Atomen bedeuten oder worin

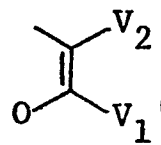
X_1 und Y_1 oder

X_2 und Y_2 zusammen einen ankondensierten Benzolring bilden,

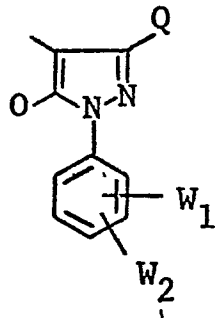
Z und Z_1 ein O-Atom oder eine -COO-Gruppe bedeuten und die Reste



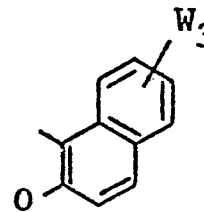
oder



die Gruppen



oder



bedeuten, worin

Q eine Methyl oder Carbamoylgruppe oder eine Alkoxy-carbonylgruppe mit 2 - 6 C-Atomen,

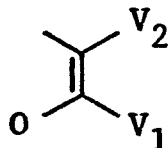
W₁ ein H- oder Halogenatom, eine Methyl- oder Sulfamoylgruppe

W₂ ein H- oder Halogenatom und

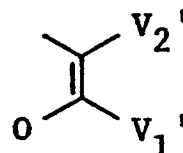
W₃ ein H-Atom, eine Alkanoylaminogruppe mit 2 - 6 C-Atomen ist.

Man verwendet insbesondere jene Farbstoffe der Formel (2), worin

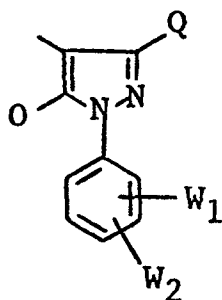
X₁ = X₂, Y₁ = Y₂ und Z = Z₁ und die Reste



und



den Rest der Formel

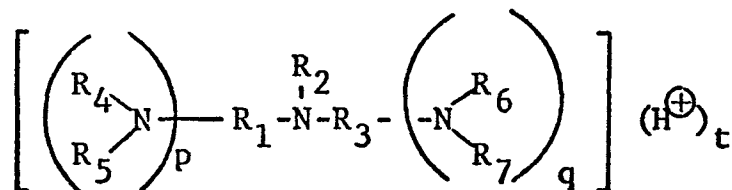


bedeuten, worin

Q, W₁ und W₂ die angegebene Bedeutung haben.

Die zu verwendenden Farbstoffe sind vorteilhaft von Sulfonsäuregruppen und freien, d.h. nicht komplex gebundenen Carboxylgruppen frei.

Die Metallkomplexe der Formeln (1) und (2) enthalten als Kation B (H⁺)_t, vorzugsweise ein solches der Formel



worin

R₁ eine Alkyl- bzw. Alkylengruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, eine Cycloalkyl- oder Cycloalkylengruppe mit 5 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine gegebenenfalls durch Halogenatome oder Alkylgruppen mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen substituierte Phenyl- oder Phenylengruppe

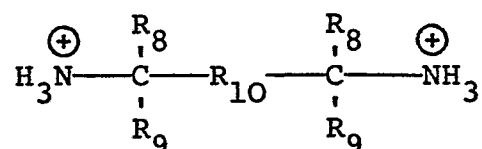
R₃ ein H-Atom, eine Alkyl- bzw. Alkylengruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen oder eine Cycloalkylgruppe mit 5 bis 6 Kohlenstoffatomen,

R₂, R₄, R₅, R₆ und R₇

H-Atome, Alkylgruppen mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen oder Cycloalkylgruppen mit 5 bis 6 Kohlenstoffatomen

p und q 0 oder 1 bedeuten, wobei q = 0 ist, wenn R₃ für ein H-Atom steht und t = p + q + 1 bedeutet.

Wegen des hohen Erweichungspunktes, der guten Thermostabilität und der hohen Farbstärke ihrer Farbstoffsalze sind symmetrische Kationen $B(H^+)_t$ folgender Formel besonders geeignet :



worin

- R_8 ein H-Atom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,
 R_9 dasselbe wie R_8 oder aber eine Cyclopentyl-, Cyclohexyl- oder Phenylgruppe und
 R_{10} ein geradkettiger oder verzweigter Alkylrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeuten.

Als Beispiele von Monoaminen seien Methylamin, Trimethylamin, Aethylamin, Diäthylamin, Triäthylamin, Propylamin, Isopropylamin, 2-Isopropoxy-n-propylamin, n-Butylamin, Isobutylamin, Aethyl-n-butylamin, Tri-(n-butyl)-amin, Pentylamine, n-Hexylamin, Tri-(2-Äthylhexyl)-amin, Cyclohexylamin, N-Methylcyclohexylamin, Dicyclohexylamin, Benzylamin, Anilin, m-Chloranilin, Mesitylamin, o-Anisidin, N-Aethylanilin, p-Toluidin, Octylamin, n-Decylamin, ω -Aminoundecansäure, n-Dodecylamin oder Stearylamin genannt.

Bevorzugt sind Diamine wie N,N-Dibutyläthylendiamin, N- β -Hydroxyäthyl-äthylendiamin, p-Phenylendiamin und N-äthylpropylendiamin, insbesondere aber symmetrisch gebaute Alkylendiamine mit 2 bis 18 Kohlenstoffatomen, beispielsweise Äthylen-, Propylen-, Tetramethylen-, Pentamethylen-, Hexamethylendiamin, 1,12-Diaminododecan, 2,11-Diaminododecan, 3,12-Diaminotetradecan, 2,11-Diamino-2,11-dimethyldodecan,

4,13-Diamino-3,14-dimethyl-hexadecan, 4,13-Diamino-hexadecan, 3,12-Diamino-2,13-dimethyl-tetradecan, 5,14-Diaminooctadecan, 4,13-Diamino-2,15-dimethyl-hexadecan.

Als Beispiel eines Triamins sei Diäthylen-triamin und als Beispiel eines heterocyclischen Amins Piperazin genannt.

Als lineare Polyamide kommen für das vorliegende Verfahren die Polyamide in Betracht, wie sie beispielsweise aus ϵ -Caprolactam ("Perlon", Nylon 6), aus ω -Aminoundecansäure ("Rilsan"), aus Hexamethyldiamin und Adipinsäure ("Nylon" 6,6) oder aus analogen Ausgangsstoffen herstellbar sind. Ferner kommen auch Mischpolyamide in Betracht, beispielsweise aus ϵ -Caprolactam und Hexamethyldiamin und Adipinsäure.

Die Farbstoffe werden nach bekannten Verfahren in fester oder flüssiger Form oder als Lösung mit dem Polyamid vermischt und die erhaltene Mischung gegebenenfalls zwischengetrocknet.

Bevorzugt werden die zu färbenden Polyamide in Form von Pulvern, Körnern oder Schnitzeln mit dem trockenen Farbstoffpulver paniert, d.h. mechanisch derart vermischt, dass die Oberfläche dieser Teilchen mit einer Schicht des Farbstoffes überzogen ist. Der Farbstoff liegt vorteilhaft in fein verteilter Form vor.

Anstelle der reinen Farbstoffe kann man in vielen Fällen mit Vorteil Präparate verwenden, die neben dem Farbstoff einen Trägerstoff enthalten, vorzugsweise ein Ca- oder Mg-Salz einer höheren Fettsäure, beispielsweise der Stearin- oder Behensäure.

Die den Farbstoff bzw. das Farbstoffpräparat enthaltenden Polyamidteilchen werden geschmolzen und nach bekannten Verfahren versponnen oder sonstwie, beispielsweise zu Folien oder anderen Formteilen, beispielsweise Spritzgussartikeln, verformt.

Man kann den Farbstoff bzw. das Farbstoffpräparat auch in fester oder flüssiger Form in das geschmolzene Polyamid einbringen und dieses anschliessend verspinnen bzw. verformen.

Man erhält gleichmässig gefärbte Gegenstände, die sich durch eine hohe Licht-, Nass-, Reib- und Thermofixierbarkeit auszeichnen.

Die Farbstoffe sind im gefärbten Material gleichmässig und fein verteilt. Obwohl ihre Löslichkeiten in organischen Solventien wie chlorierten Kohlenwasserstoffen, niederen Ketonen, Estern und Alkoholen nicht hoch sind, liegen sie im Polyamid oft in gelöster Form vor.

Die gefärbten Gegenstände enthalten zweckmässig 0,01 bis 3 % Farbstoff.

Es ist überraschend, dass die erfindungsgemäss zu verwendenden Aminsalze als Salze starker Säuren und schwacher Basen die hohen Temperaturen des Schmelzprozesses ohne wesentliche Zersetzung überstehen und die textilen Eigenschaften der Fasern nicht merklich verschlechtern.

B e i s p i e l 1

Zu einer gut gerührten Suspension von 84,38 g (0.1 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Amino-5-Äthylsulfonyl-phenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon in 1300 ml Wasser von 90-95°C wird innert 15 Minuten eine Lösung von 5.8 g (0.05 Mol) Hexamethyldiamin in 100 ml Wasser und 5.5 g Ameisensäure (0.12 Mol) getropft. Man lässt das Gemisch unter Rühren 1 Stunde bei 90 - 95°C ausreagieren und filtriert anschliessend unter schwachem Vakuum. Das Nutschgut wird nacheinander mit 600 ml einer 1%-igen Ameisensäurelösung und 600 ml Wasser gewaschen. Das im Vakuum getrocknete (110-115°C) Produkt wiegt 87.8 g. Es weist einen Farbsalzgehalt von 97.1% auf, enthält nur 0.25% NaCl und 1% Wasser.

Durch Ausspinnen in Polycaprolactam erhält man ein rotes Fasermaterial, das sehr gute Licht-, Nass-, Thermofixier- und Reibechtheiten aufweist.

B e i s p i e l 2

Zu einer 70°C warmen Lösung von 16.87 g (0.02 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Amino-5-Äthylsulfonyl-phenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-

pyrazolon in 250 ml Aethanol wird innert 30 Minuten eine Lösung von 1.16 g (0.01 Mol) Hexamethylendiamin in 50 ml Aethanol und 1.1 g (0.024 Mol) Ameisensäure zugetropft. Das Reaktionsgemisch lässt man auf Raumtemperatur abkühlen. Es wird weitere 3 Stunden gerührt und der kristallin ausfallende Niederschlag abfiltriert, mit 50 ml Aethanol gewaschen und anschliessend im Vakuumofen bei 110 - 115°C getrocknet. Man erhält 16.7 g Farbsalz.

B e i s p i e l 3

16.87 g (0.02 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Amino-5-äthylsulfonyl-phenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon werden in 250 ml n-Butanol angeschlänmt und auf 90 - 95°C erwärmt, wobei der Farbstoff teilweise in Lösung geht. Anschliessend tropft man innert 30 Minuten eine Lösung von 1.16 g (0.01 Mol) Hexamethylendiamin in 50 ml Wasser und 1.1 g (0.024 Mol) Ameisensäure zu. Das Reaktionsgemisch lässt man auf Raumtemperatur abkühlen und weitere 3 Stunden bei dieser Temperatur rühren, wobei das Farbsalz kristallin ausfällt. Nach Filtration, Waschen des Nutschgutes mit 50 ml n-Butanol und Trocknung im Vakuumofen bei 110 - 115°C erhält man 14.4 g Farbsalz.

B e i s p i e l 4

Die Suspension von 13.19 g (0.02 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Aminophenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon in 250 ml Wasser wird auf 90 - 95°C erwärmt und 1 Stunde bei dieser Tem-

peratur gut gerührt. Anschliessend tropft man eine Lösung von 1.16 g (0.01 Mol) Hexamethyldiamin in 50 ml Wasser und 0.9 ml (0.024 Mol) Ameisensäure innert 15 Minuten zu und lässt das Reaktionsgemisch unter Rühren 1 Stunde bei 90 - 95°C ausreagieren. Dann wird filtriert und das Nutschgut nacheinander mit 125 ml einer 1%-igen Ameisensäurelösung und 125 ml Wasser gewaschen. Nach Trocknung im Vakuumofen bei 110 - 115°C erhält man 12.9 g Farbsalz. Es enthält 0.039% NaCl und 4.3% H₂O.

Durch Ausspinnen in Polycaprolactam erhält man ein scharlach-rotes Fasermaterial, das sehr gute Licht-, Nass-, Thermofixier- und Reibechtheiten aufweist.

B e i s p i e l 5

Zu einer 90 - 95°C warmen Lösung von 1.16 g (0.01 Mol) Hexamethyldiamin in 300 ml Wasser und 1.10 g (0.024 Mol) Ameisensäure werden innert 30 Minuten 16.87 g (0.02 Mol) des pulverförmigen 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Amino-5-äthylsulfonyl-phenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon zugestreut. Die resultierende Suspension wird noch 1 Stunde bei 90 - 95°C gerührt. Anschliessend filtriert man unter schwachem Vakuum, wäscht das Nutschgut mit 150 ml einer 1%-igen Ameisensäurelösung und 150 ml Wasser und trocknet unter Vakuum bei 110 - 115°C. Die Ausbeute an Farbsalz beträgt 17.2 g. Es enthält 0.071% NaCl und 1.85% Wasser.

B e i s p i e l 6

Zu einer 90 - 95°C warmen Lösung von 1.16 g (0.01 Mol) Hexamethyldiamin in 50 ml H₂O und 1.1 g (0.024 Mol) Ameisensäure wird innert 30 Minuten eine 90°C warme Suspension von 16.87 g (0.02 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Amino-5-äthylsulfonyl-phenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon in 200 ml Wasser getropft. Man spült den Tropftrichter mit ca. 20 ml Wasser aus und lässt das Reaktionsgemisch unter Rühren noch 1 Stunde bei 90 - 95°C ausreagieren. Der ausfallende Farbstoff wird abfiltriert, nacheinander mit 150 ml einer 1%-igen Ameisensäurelösung und 150 ml Wasser gewaschen und schliesslich bei 110 - 115°C getrocknet. Man erhält 17.2 g Farbsalz. Es enthält nur 0.057% NaCl und 1.4% H₂O.

B e i s p i e l 7

Zu einer 90 - 95°C warmen Lösung von 18.39 g (0.02 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 3-Hydroxy-4-amino-naphthalinsulfonsäure → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon in 250 ml n-Butanol wird innert 40 Minuten eine Lösung von 3.48 g (0.03 Mol) Hexamethyldiamin in 200 ml Wasser und 3.3 g (0.072 Mol) Ameisensäure getropft. Das Reaktionsgemisch lässt man auf Raumtemperatur abkühlen, wobei die Hauptmenge des Farbsalzes kristallin ausfällt. Das abgeschiedene Produkt wird abfiltriert, mit 300 ml Wasser gewaschen und im Vakuumofen bei 110 - 115°C getrocknet. Das butanolische Filtrat wird noch zweimal mit je 100 ml Wasser ausgeschüttelt und anschlies-

send in einem rotierenden Kolben vollständig eingedampft. Man erhält auf diese Weise eine weitere kleinere Menge Produkt, das ebenfalls unter Vakuum bei 110 - 115°C getrocknet wird. Die Gesamtausbeute an Farbsalz beträgt 20.9 g. Es enthält $<0.1\%$ Kochsalz.

Durch Ausspinnen in Polycaprolactam erhält man ein blaustichig rotes Fasermaterial, das sehr gute Licht-, Nass-, Thermofixier- und Reibechtheiten aufweist.

B e i s p i e l 8

18.14 g (0.02 Mol) des 1:2-Chrommischkomplex-Natriumsalzes aus den Azofarbstoffen 2-Aminophenol-4-sulfomethylamid $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon und 2-Amino-4-methylaminosulfonyl-phenol $\rightarrow$ 1-Acetamido-7-naphthol werden in 250 ml Wasser angeschlämmt und 60 Minuten bei 90 - 95° gerührt, wobei der Farbstoff vollständig in Lösung geht. Jetzt tropft man innert 15 Minuten eine Lösung von 1.16 g (0.01 Mol) Hexamethyldiamin in 50 ml Wasser und 1.1 g (0.024 Mol) Ameisensäure zu und lässt das Reaktionsgemisch unter Rühren 1 Stunde bei 90 - 95°C ausreagieren. Das kristallin ausfallende Farbsalz wird unter schwachem Vakuum abfiltriert, nacheinander mit 125 ml einer 1%-igen Ameisensäurelösung und 125 ml Wasser gewaschen und anschliessend unter Vakuum bei 110 - 115°C getrocknet. Man erhält 12,9 g Farbsalz mit einem Kochsalzgehalt von 0.039% und einem Wassergehalt von 4.3%.

Durch Ausspinnen in Polycaprolactam erhält man ein braunes Fasermaterial, das sehr gute Licht-, Nass-, Thermofixier- und Reibechtheiten aufweist.

B e i s p i e l 9

Zu einer 90 - 95°C warmen Lösung von 14.56 g (0.02 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Amino-4-chlor-phenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon in 250 ml n-Butanol wird innert 20 Minuten eine Lösung von 3,62 g (0.02 Mol) Dicyclohexylamin in 50 ml H₂O, 5 ml Aethanol und 1.1 g (0.024 Mol) Ameisensäure getropft. Man lässt das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abkühlen, wobei etwas Aminsalt feinkristallin ausfällt. Nach Filtration und Waschen des Nutschgutes mit wenig Lösungsmittel wird die Butanolösung dreimal mit je 100 ml H₂O ausgeschüttelt und anschliessend im rotierenden Kolben vollständig eingedampft. Der Rückstand sowie das oben erwähnte Nutschgut werden im Vakuumofen bei 110 - 115°C getrocknet. Man erhält insgesamt 17.3 g Farbsalz mit einem NaCl-Gehalt von 0.1% und einem H₂O-Gehalt von 1 - 2.3%.

Durch Ausspinnen in Polycaprolactam erhält man ein rotes Fasermaterial, das sehr gute Licht-, Nass-, Thermofixier- und Reibechtheiten aufweist.

B e i s p i e l 10

Zu einer 90 - 95°C warmen Lösung von 16.87 g (0.02 Mol) des 1:2-Chromkomplex-Natriumsalzes aus dem Azofarbstoff 2-Amino-5-äthylsulfonyl-phenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-Pyrazolon in 500 ml n-Butanol wird innert 20 Minuten eine Mischung von 2.0 g (0.01 Mol) 1,12-Diaminododecan in 100 ml Wasser und 1.1 g (0.024 Mol) Ameisensäure getropft. Man lässt das Reaktionsgemisch 1 Stunde bei 90 - 95°C ausreagieren und anschliessend auf Raumtemperatur abkühlen. Die organische Phase wird abgetrennt, drei-

mal mit je 125 ml Wasser ausgeschüttelt und schliesslich im rotierenden Kolben vollständig eingedampft (Badtemperatur = max. 90°C). Der im Vakuum bei 110 - 115°C getrocknete Rückstand wiegt 10.7 g und enthält nur noch 0.044% NaCl und 0.69% H₂O.

B e i s p i e l 11

2 g des gemäss Beispiel 4 hergestellten Farbsalzes und ungefähr 10 g Aceton werden mit 98 g Polyhexamethylenadipamid in Schnitzelform gerührt, bis sich ein gleichmässiger Belag aus dem roten Farbsalz auf der Oberfläche der Schnitzel gebildet hat. Die Schnitzel werden getrocknet und dann geschmolzen und in einem herkömmlichen Apparat gesponnen, wobei Fäden mit einem scharlach-roten Farbton erhalten werden, welche eine vorzügliche Echtheit gegenüber Wasser, Reiben, Trockenreinigen und Licht besitzen.

B e i s p i e l e 12 - 91

Setzt man die in Kolonne II der Tabellen 1 - 6 angegebene Zahl Mol eines der aufgeführten einheitlichen bzw. gemischten 1:2-Cr-Komplex-Na-Salzes mit der in Kolonne III der genannten Tabellen erwähnte Zahl Mol eines Amins nach den in Beispiel 1 - 10 beschriebenen Verfahren um, so erhält man ebenfalls wertvolle Farbkörper von hoher Reinheit. Durch Aufpudern auf Polyamid (PA 6) und Spinnmassefärbung erhält man Fasern, deren Farbton in Kolonne IV der Tabellen angegeben ist.

T a b e l l e 1

I	II		III		IV
	Bsp. Nr.	Mol	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus	Mol	Farbton in PA 6
12	1		2-Amino-5-äthylsulfonyl-phenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	Propylendiamin rot
13	1		do.	1	Benzylamin rot
14	1		do.	1	Anilin rot
15	1		do.	1/2	Aethylendiamin rot
16	1		do.	1	Stearylamin rot
17	1		do.	1/2	N-(2-Hydroxyäthyl)-äthylendiamin rot
18	1		do.	1	Aethylamin rot
19	1		do.	1	Diäthylamin rot
20	1		do.	1/2	N,N-(Dimethyl)-äthylendiamin rot
21	1		do.	1/2	Piperazin rot
22	1		do.	1/3	Diäthylentriamin rot
23	1		2-Amino-4-chlor-phenol-5-sulfamid → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	Hexamethylen-diamin rot

I	II		III		IV
	Bsp. Nr.	Mol	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus	Mol	Farbton in PC 6
24	1	2-Amino-4-chlor-phenol-5-sulfamid → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	2-Methoxyäthyl-amin	1	rot
25	1	2-Aminophenol-4-sulfamid → 1-(3'-Chlorphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	Hexamethylen-diamin	1/2	orange
26	1	do.	Stearylamin	1	orange
27	1	2-Aminophenol-4-sulf-N,N-diäthylamid → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	Hexamethylen-diamin	1/2	orange
28	1	2-Aminophenol-4-sulf-N,N-bis(2'-hydroxyäthyl)-amid → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	Hexamethylen-diamin	1/2	orange
29	1	2-Amino-4-methylsulfonyl-phenol → 1-(3'-Chlorphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	Diäthylentriamin	1/3	orange
30	1	do.	Hexamethylen-diamin	1/2	orange
31	1	2-Aminophenol-4-sulf-(2'-methoxyäthyl)-amid → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	Triäthylamin	1	orange
32	1	do.	Hexamethylen-diamin	1/2	orange
33	1	2-Amino-5-äthylsulfonyl-phenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	p-Phenylendiamin	1/2	rot
34	1	do.	1,12-Diaminododecan	1/2	rot

T a b e l l e 2

I	II		III		IV
	Mol	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus	Mol	Amin	
Bsp. Nr.					Farbton in PA 6
35	1	2-Aminophenol-4-sulf-N-(2'-carboxy-phenyl)-amid $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1 $\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	orange
36	1	do.	3	Tri-n-butylamin	orange
37	1	1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäure $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	3	Triäthylamin	blaustichig-rot
38	1	do.	3	Aethylbutylamin	do.
39	1	2-Amino-4-chlorphenol $\rightarrow$ 1-(4'-sulfophenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	1 $\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	rot
40	1	do.	3	Tri-(2-Aethyl-hexyl)-amin	rot

T a b e l l e 3

I Bsp. Nr.	II		III		IV Farbton in PA 6
	Mol	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus	Mol	Amin	
41	1	2-Aminophenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	$\frac{1}{2}$	Aethylendiamin	scharlach-rot
42	1	do.	$\frac{1}{2}$	N,N-Di-(n-butyl)-äthylen-diamin	scharlach-rot
43	1	2-Amino-5-nitro-phenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	rot
44	1	2-Amino-4-chlor-phenol $\rightarrow$ 1-(4'-Chlorphenyl)-5-pyrazolon-3-carbonsäure-äthylester	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	rot
45	1	2-Amino-4-chlorphenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-5-pyrazolon-3-carbonsäure-amid	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	rot
46	1	2-Amino-4-chlorphenol $\rightarrow$ 2-Naphthol	1	n-Octylamin	violett
47	1	do.	1	N-(2-Aminoäthyl)-pyrrolidon	violett
48	1	do.	1	Diäthylamin	violett
49	1	2-Amino-4-chlorphenol $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	rot
50	1	do.	1	Trimethylamin	rot

I	II		III		IV
	Bsp. Nr.	Mol	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus	Mol	Farbton in PA 6
51	1		2-Amino-4,6-dichlor-phenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1	rot
52	1		do.	$\frac{1}{2}$	rot
53	1		2-Amino-4-chlor-phenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1	rot
54	1		do.	$\frac{1}{2}$	rot
55	1		do.	1	rot
56	1		2,5-Dimethoxyanilin → 1-Phenyl- 3-methyl-5-pyrazolon (entmethylierend chromiert)	$\frac{1}{2}$	bordeaux

T a b e l l e 4

Bsp. Nr.	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus				Farbton in PA 6
	Mol		Mol	Amin	
57	1	Anthranilsäure $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	gelb
58	1	do.	1	n-Dodecylamin	gelb
59	1	Anthranilsäure $\rightarrow$ 1-(2'-Chlor-phenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	gelb
60	1	do.	1	n-Octylamin	gelb
61	1	Anthranilsäure $\rightarrow$ 1-(2'-Aethyl-phenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	$\frac{1}{2}$	Aethylendiamin	gelb
62	1	do.	$\frac{1}{3}$	Methyl-di-(3-aminopropyl)-amin	gelb
63	1	Anthranilsäure $\rightarrow$ 1-(2', 5'-Dichlor-phenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	$\frac{1}{4}$	N,N'-Di-(3-amino-propyl)-äthylendiamin	gelb
64	1	do.	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	gelb
65	1	2-Amino-5-chlor-benzoesäure $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1	N-Methylcyclohexylamin	gelb
66	1	do.	1	p-Toluidine	gelb
67	1	Anthranilsäure $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon-3'-sulfamid	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi-amin	gelb

T a b e l l e 5

I	II			III		IV
	Bsp. Nr.	Mol	1:2-Cr-Mischkomplex-Na-Salz aus X + Y	Mol	Amin	
68	1	2-Amino-phenol-4-sulf- amid $\rightarrow$ 1-(3'-Chlor- phenyl)-3-methyl-5-py- razolon	2-Aminophenol-4-sulf- amid $\rightarrow$ 2-Naphthol	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi- amin	bordeaux
69	1	do.	do.	1	Cyclohexylamin	bordeaux
70	1	2-Aminophenol-4-sulf- isopropylamid $\rightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5- pyrazolon	2-Aminophenol-4-sulf- isopropylamid $\rightarrow$ 1-Naphthol	1	N-Aethylanilin	bordeaux
71	1	do.	do.	$\frac{1}{2}$	Hexamethylendi- amin	bordeaux
72	1	2-Aminophenol-4-sulf- amid $\rightarrow$ 1-(3'-Chlor- phenyl)-3-methyl-5- pyrazolon	2-Aminophenol-4-sulf- amid $\rightarrow$ 1-(Carbometh- oxyamino)-7-naphthol	1	m-Chloranilin	braun
73	1	do.	do.	1	Mesitylamin	braun
74	1	2-Aminophenol-4-sulf- methylamid $\rightarrow$ 1-(4'- Chlorphenyl)-3-methyl- 5-pyrazolon	2-Aminophenol-4-sulf- methylamid $\rightarrow$ 1-Acet- amido-7-naphthol	1	o-Anisidin	braun
75	1	do.	do.	1	Di-(2-Aethyl- hexyl)-amin	braun

T a b e l l e 6

I	II		III	IV
Bsp. Nr.	Mol	1:2-Cr-Mischkomplex-Na-Salz aus X + Y	Mol	Farbton in PA 6
76	1	2-Amino-4-methylphenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1	Hexamethylendi-amin
77	1	2-Amino-4-chlorphenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1	do.
78	1	2-Amino-4,6-dichlorphenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1	do.
79	1	2-Amino-4-methylphenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1	Aethylendiamin
80	1	2-Amino-4-chlorphenol → 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	2/3	Diäthylentriamin
81	1	2-Amino-4,6-dichlorphenol → 2-Naphthol	1	Hexamethylen-diamin

T a b e l l e 7

I	II		III		IV
	Bsp. Nr.	Mol	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus	Mol	Farbton in PA 6
82	1		2-Amino-4-phenylsulfonyl-phenol $\longrightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	orange
83	1		2-Amino-4-(4'-chlorphenylsulfonyl)-phenol $\longrightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	orange
84	1		2-Amino-4-(4'-methylphenylsulfonyl)-phenol $\longrightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	orange
85	1		2-Amino-4-chlorphenol $\longrightarrow$ 2-Naphthol	1/2	violett
86	1		2-Amino-4-chlorphenol $\longrightarrow$ 2-Naphthol	1	violett
87	1		2-Amino-4-chlorphenol $\longrightarrow$ 2-Naphthol	1/2	violett
88	1		2-Aminophenol-4-sulfamid $\longrightarrow$ 1-(3'-Aminosulfonylphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	orange
89	1		2-Aminophenol-4-sulfamid $\longrightarrow$ 1-(3'-Chlorphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	orange

T a b e l l e 7 (Fortsetzung)

I	II		III		IV
	Bsp. Nr.	Mol	1:2-Cr-Komplex-Na-Salz aus	Mol	Farbton in PA 6
90		1	2-Aminophenol-4-sulfamid $\longrightarrow$ 1-(3'-Chlor-phenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	1/2	orange
91		1	2-Aminophenol-4-sulfamid $\longrightarrow$ 1-(3'-Chlor-phenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	1	orange

B e i s p i e l 92

99 g Polyamid aus ϵ -Caprolactam (Polyamid-6) werden in Form von Schnitzeln mit 1 g des gemäss Beispiel 1 erhaltenen Farbsalzes trocken paniert. Die panierten Schnitzel werden bei 290 - 295°C in einem Extruder versponnen. Der so erhaltene Faden weist eine gleichmässige rote Färbung von hohen Licht-, Nass- und Thermofixierechtheiten auf.

B e i s p i e l 93

60 g des gemäss Beispiel 1 erhaltenen Farbstoffs und 60 g Mg-Behenat werden im Knetter während 1/4 Stunde bei 120 - 130°C bearbeitet. Nach Erreichen einer homogenen Mischung wird das abgekühlte, spröde Produkt gemahlen. Man erhält ein 50% Farbsalz enthaltendes Farbstoffpräparat.

Verfährt man wie oben beschrieben, verwendet aber anstelle von 60 g Mg-Behenat 60 g Mg-Stearat, so erhält man ebenfalls ein wertvolles Farbstoffpräparat.

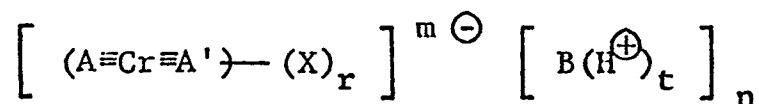
B e i s p i e l 94

98 g Polyamid aus ϵ -Caprolactam (Polyamid-6) werden in Form von Schnitzeln mit 2 g des gemäss Beispiel 83 erhaltenen Farbstoffpräparates trocken paniert. Die panierten Schnitzel werden bei 290° - 295°C in einem Extruder versponnen. Der so erhaltene Faden weist eine gleichmässige rote Färbung von hohen Licht-, Nass- und Thermofixierechtheiten auf.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zum Färben linearer Polyamide in der Masse, dadurch gekennzeichnet, dass man Salze aus 1:2-Chromkomplexen von Monoazofarbstoffen und Aminen enthaltend 1 - 18 C-Atome verwendet.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man Farbstoffe der Formel



verwendet, worin

A, A' gleiche oder verschiedene Reste von Azofarbstoffen, die nach Abspaltung von 2 Protonen unter Bildung von 2 Ringen an das Cr gebunden sind

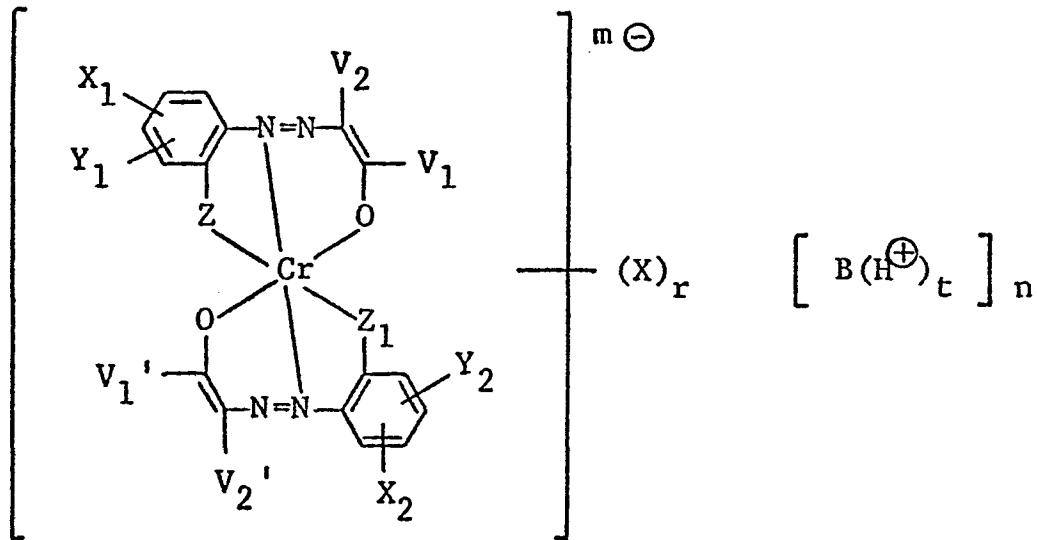
X eine nicht an Cr gebundene -COO oder eine -SO₃-Gruppe

B ein Mono-, Di- oder Triamin mit 1 - 18 C-Atomen

m und t die Zahlen 1 - 3, r = m - 1 und n = $\frac{m}{t}$

bedeuten.

3. Verfahren gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man Farbstoffe der Formel



verwendet, worin

B, X, r, m, t und n

die im Anspruch 2 angegebene Bedeutung haben,

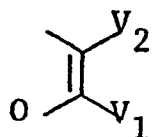
X_1 und X_2 H-Atome, Alkyl-, Alkoxy- oder Alkylsulfonylgruppen mit 1 - 6 C-Atomen, Alkanoylaminogruppen mit 2 - 6 C-Atomen oder Gruppen der Formel SO_2NRR' bedeuten, worin R ein H-Atom, eine Alkylgruppe mit 1 - 6 C-Atomen, eine Hydroxyalkylgruppe mit 2 - 6 C-Atomen, eine Alkoxyalkylgruppe mit 3 - 8 C-Atomen oder einen gegebenenfalls durch Halogenatome, Alkylgruppen mit 1 - 4 C-Atomen substituierten Phenylrest, R' ein H-Atom, eine Alkylgruppe mit 1 - 6 C-Atomen oder eine Hydroxyalkylgruppe mit 2 - 6 C-Atomen,

Y_1 und Y_2 H- oder Halogenatome oder Alkylgruppen mit 1 - 6 C-Atomen bedeuten oder worin

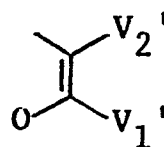
X_1 und Y_1 oder

X_2 und Y_2 zusammen einen ankondensierten Benzolring bilden,

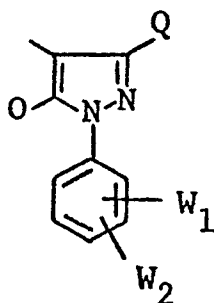
Z und Z_1 bedeuten ein O-Atom oder eine -COO-Gruppe und die Reste



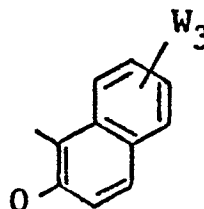
oder



die Gruppen



oder



bedeuten, worin

Q eine Methyl oder Carbamoylgruppe oder eine Alkoxy-carbonylgruppe mit 2 - 6 C-Atomen,

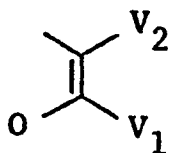
W_1 ein H- oder Halogenatom, eine Methyl- oder Sulfamoylgruppe

W_2 ein H- oder Halogenatom und

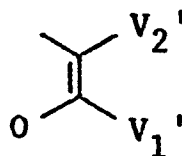
W_3 ein H-Atom, eine Alkanoylaminogruppe mit 2 - 6 C-Atomen ist.

4. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man symmetrische Chromkomplexe verwendet, worin

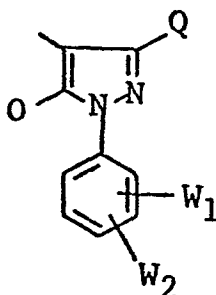
$X_1 = X_2$, $Y_1 = Y_2$ und $Z = Z_1$ und die Reste



und



den Rest der Formel

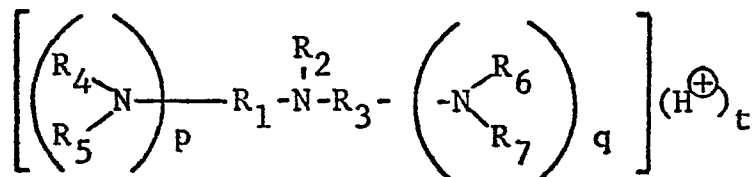


worin

Q, W₁ und W₂ die angegebene Bedeutung haben.

5. Verfahren gemäss den Ansprüchen 1 - 4, dadurch gekennzeichnet, dass man Aminsalze von Chromkomplexen verwendet, die keine Sulfonsäuregruppen und keine freien Carboxylgruppen enthalten.

6. Verfahren gemäss den Ansprüchen 2 - 5, dadurch gekennzeichnet, dass man Farbstoffe der angegebenen Formeln verwendet, worin das Kation die Formel



worin

R₁ eine Alkyl- bzw. Alkylengruppe mit 1 - 18 C-Atomen, eine Cycloalkyl- oder Cycloalkylengruppe mit 5 - 6 C-Atomen oder eine gegebenenfalls durch Halogenatome oder Alkylgruppen mit 1 - 6 C-Atomen substituierte Phenyl- oder Phenylengruppe

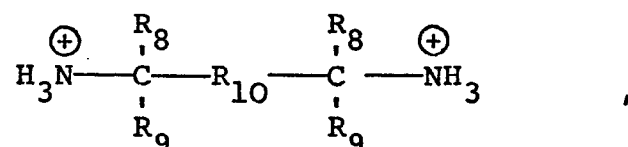
R₃ ein H-Atom, eine Alkyl- bzw. Alkylengruppe mit 1 - 18 C-Atomen oder eine Cycloalkylgruppe mit 5 - 6 C-Atomen

R_2 , R_4 , R_5 , R_6 und R_7

Wasserstoffatome, Alkylgruppen mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen oder Cycloalkylgruppen mit 5 bis 6 Kohlenstoffatomen

p und q 0 oder 1 bedeuten, wobei $q = 0$ ist, wenn R_3 für ein Wasserstoffatom steht und $t = p + q + 1$ bedeutet.

7. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man Salze verwendet, enthaltend ein Kation der Formel



worin

R_8 ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,

R_9 dasselbe wie R_8 oder aber eine Cyclopentyl-, Cyclohexyl- oder Phenylgruppe und

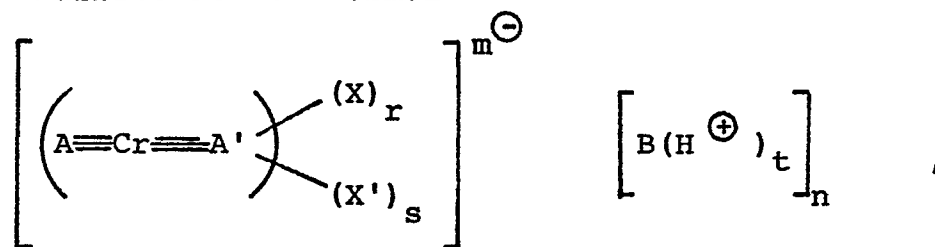
R_{10} ein geradkettiger oder verzweigter Alkylenrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeuten.

8. Verfahren gemäss Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass man Salze aus Alkylendiaminen mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen verwendet.

9. Lineare Polyamide enthaltend in der Masse einen Farbstoff gemäss Anspruch 1.

10. Fasern aus linearen Polyamiden enthaltend in der Masse ein Farbsalz gemäss Anspruch 1.

11. Farbstoffe der Formel



worin

A, A' gleiche oder verschiedene Reste von Azofarbstoffen,
die nach Abspaltung von 2 Protonen unter Bildung von
2 Ringen an das Cr gebunden sind

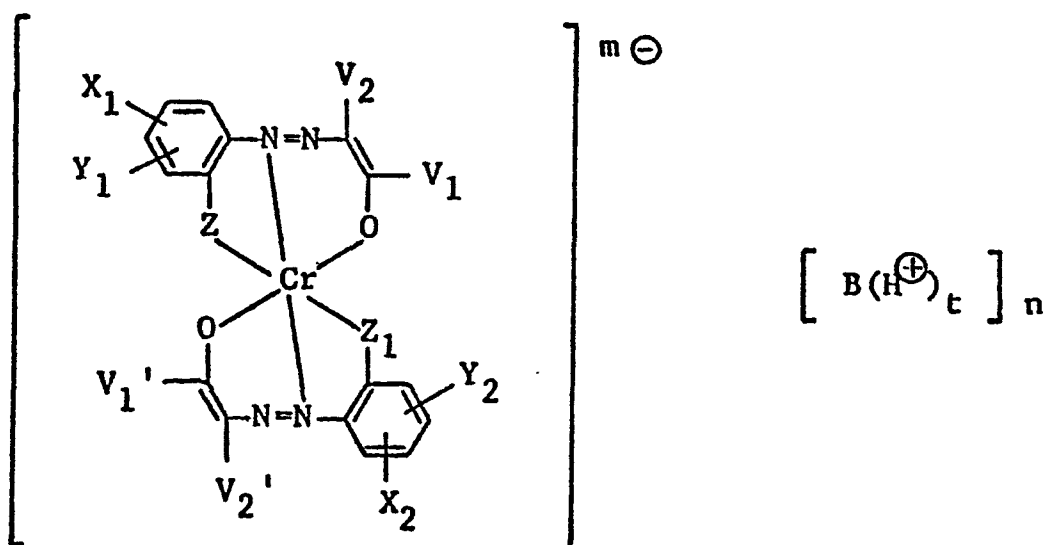
X eine nicht an Cr gebundene -COO oder eine -SO₃-Gruppe

X' eine Sulfamoyl-, Alkylsulfonyl oder eine gegebenen-
falls substituierte Phenylsulfonylgruppe,

B ein Mono-, Di- oder Triamin mit 1 bis 18 Kohlen-
stoffatomen

m und t die Zahlen 1 bis 3, $r = m - 1$, $n = \frac{m}{t}$, s die Zahlen
2 oder 4, wenn $m = 1$ und $s = 0$, wenn $m = 2$ oder 3
bedeuten.

12. Farbstoffe gemäss Anspruch 11 der Formel



worin

B, m, t und n

die im Anspruch 2 angegebene Bedeutung haben,

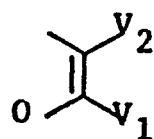
X_1 und X_2 für den Fall, dass $m = 1$ ist, Alkylsulfonylgruppen mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, gegebenenfalls durch Halogenatome oder Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen substituierte Phenylsulfonylgruppen, oder Gruppen der Formel SO_2NRR' bedeuten, worin R ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, eine Hydroxyalkylgruppe mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, eine Alkoxyalkylgruppe mit 3 bis 8 Kohlenstoffatomen oder einen gegebenenfalls durch Halogenatome, Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen substituierten Phenylrest, R' ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder eine Hydroxyalkylgruppe mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen bedeuten und für den Fall, dass $m = 2$ oder 3 ist, entweder X_1 oder X_1 und X_2 SO_3 -Gruppen sind,

Y_1 und Y_2 Wasserstoff- oder Halogenatome, Alkyl- oder Alkoxygruppen mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Alkanoylaminogruppen mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen bedeuten oder worin

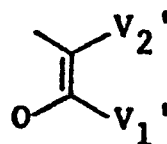
X_1 und Y_1 und/oder

X_2 und Y_2 zusammen einen ankondensierten Benzolring bilden, der eine SO_3 -Gruppe trägt,

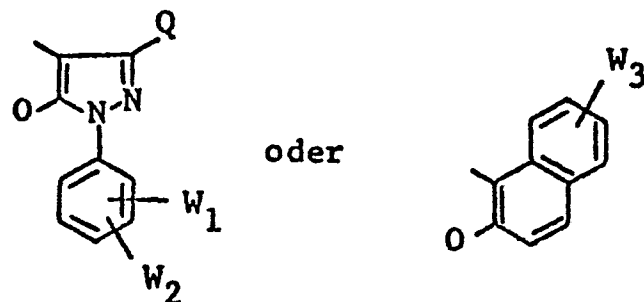
Z und Z_1 ein Sauerstoffatom oder eine $-COO$ -Gruppe bedeuten und die Reste



oder



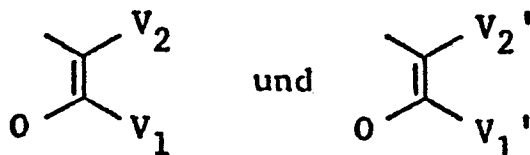
die Gruppen



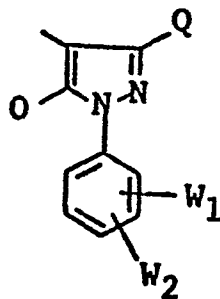
bedeuten, worin

- Q eine Methyl- oder Carbamoylgruppe oder eine Alkoxy-carbonylgruppe mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen,
- W_1 ein Wasserstoff- oder Halogenatom, eine Methyl- oder Sulfamoylgruppe
- W_2 ein Wasserstoff- oder Halogenatom und
- W_3 ein Wasserstoffatom, eine Alkanoylaminogruppe mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen ist.

13. Farbstoffe gemäss Anspruch 12, worin $X_1 = X_2$, $Y_1 = Y_2$ und $Z = Z_1$ und die Reste



den Rest der Formel

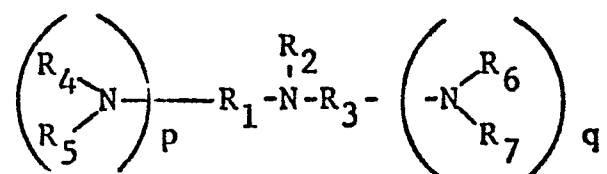


darstellen, worin

Q, W_1 und W_2 die in Anspruch 12 angegebene Bedeutung haben.

14. Aminsalze von Chromkomplexen gemäss Anspruch 11, die keine Sulfonsäuregruppen und keine freien Carboxylgruppen enthalten.

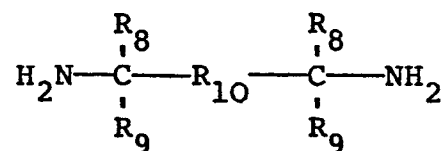
15. Farbstoffe gemäss Anspruch 11, worin B ein Amin der Formel



darstellt, worin R_1 bis R_7 , p und q die im Anspruch 6 angegebene Bedeutung haben.

16. Farbstoffe gemäss Anspruch 11, worin B ein Diamin darstellt.

17. Farbstoffe gemäss Anspruch 11, worin B ein symmetrisches Diamin der Formel



bedeutet, worin

R_8 ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,

R_9 dasselbe wie R_8 oder aber eine Cyclopentyl-, Cyclohexyl- oder Phenylgruppe und

R_{10} ein geradkettiger oder verzweigter Alkylenrest bedeuten,

darstellt.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0000331
Nummer der Anmeldung

EP 78 10 0161

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
X	<u>US - A - 2 814 614 (ZICKENDRAHT)</u> * Spalte 1, Absatz 1 und Zeilen 24-60; Spalte 2, Absatz 3 und Zeilen 68-72; Spalten 3-6; Tabelle, Beispiele 1,2,4,9; Spalten 13,14, Beispiel 8; "Claim" 1 *	1-6, 11, 14, 15	C 09 B 45/48 C 08 L 77/00
X	<u>CH - A - 524 011 (BASF)</u> * Spalte 2, Zeilen 19-31 und insbesondere Spalte 3, Zeilen 50-52; Spalte 4, Zeilen 7 bis 36 *	1,5	
X	<u>DE - B - 1 260 652 (BASF)</u> * Spalte 1, Absätze 1-3; Spalte 2, Zeilen 35-37; Spalten 3,4; Tabelle, Beispiele 5,7 *	1-6, 11-14	C 09 B 45/00 C 09 B 45/16 C 09 B 45/26 C 09 B 45/48 C 09 B 63/00 C 08 L 77/00
X	<u>DE - B - 1 226 727 (BASF)</u> * Spalte 1, Zeile 1 bis Spalte 2, Zeile 29; Spalte 3, Zeilen 10-12; Tabelle; Beispiele 1 bis 5; Spalten 7-12; Beispiele 9,11, 12,16,17 *	1-4,6, 11-13	
X	<u>FR - A - 2 032 291 (J.R.GEIGY)</u> * Insbesondere Seite 17, Beispiel 29; Seite 25, Beispiel 45 *	1-3,5, 6, 10-12, 14,15	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	28-09-1978	GREEN	



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>DE - B - 1 110 786</u> (J.R.GEIGY) * Spalte 1, Zeilen 1-16; Spalte 3, Zeilen 27-36, 63-66; Spalte 7, 2., 6., 7. Farbstoff; Spalte 8, 1. Farbstoff * --- CHEMICAL ABSTRACTS, Vol. 83, Nr. 24, Dezember 15, 1975, Seite 80 Columbus, Ohio USA * "Abstract" 194775p * & JP - A - 74 86 501 (HODOGAYA CHEMICAL) --- CHEMICAL ABSTRACTS, Vol. 83, Nr. 8, August 25, 1975, Seite 213, Columbus, Ohio, USA * "Abstract" 62021e * & JP - A - 74 101 506 (HODOGAYA CHEMICAL) --- CHEMICAL ABSTRACTS, Vol. 83, Nr. 10, September 8, 1975, Seiten 117-118, Columbus, Ohio USA * "Abstract" 81192c * & JP - A - 75 10 323 (HODOGAYA CHEMICAL) ---	1-4,6, 11-13, 15 11 11 11,15, 16	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)
DA	<u>GB - A - 1 021 737</u> (ICI)		
DA	<u>GB - A - 1 264 191</u> (CIBA-GEIGY) -----		