

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: **80100347.6**

22 Anmeldetag: **23.01.80**

51 Int. Cl.³: **D 06 P 3/852**
D 06 P 3/28, D 06 P 3/68
D 06 P 1/12

30 Priorität: **26.01.79 DE 2902976**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
20.08.80 Patentblatt 80/17

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT

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

72 Erfinder: **Heinisch, Peter**
Im Schulzehnten 20
D-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)

72 Erfinder: **Hofstetter, Hans**
Röseliweg 15
CH-4665 Oftringen(CH)

72 Erfinder: **Trampusch, Adolf**
Droselweg 1
D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

54 **Verfahren zum Färben von Mischungen aus Cellulosefasern und synthetischen Polyamidfasern mit Azo-Entwicklungsfarbstoffen.**

57 Mischungen aus Cellulose- und synthetischen Polyamid-Fasern werden nach der Ausziehmethode Ton-in-Ton gefärbt, wenn man das Textilgut unter alkalischen Bedingungen mit einer eine gelöste, mittels Cyanamid stabilisierte Diazonium- Verbindung enthaltenden, wäßrigen Flotte zunächst bei 65-75°C behandelt, dann nach dem Abkühlen bei 30-45°C weiterbehandelt, wobei die gelöste Kupplungskomponente dem Bad mit der grundierten Ware während dieser beiden Temperaturstufen portionsweise zugesetzt wird, und wenn man die Entwicklung des unlöslichen Azofarbstoffes auf der Faser ohne vorherigen Flottenwechsel durch Säurebehandlung herbeiführt.

EP 0 014 384 A1

Verfahren zum Färben von Mischungen aus Cellulosefasern
und synthetischen Polyamidfasern mit Azo-Entwicklungsfarb-
stoffen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum ein-
badigen, gleichmäßigen Ton-in-Ton-Färben von textilen Ge-
weben oder Gewirken aus Mischungen von Cellulosefasern
und synthetischen Polyamidfasern nach der Ausziehmethode
5 mit aus Kupplungskomponente und Diazokomponente in Form
einer stabilisierten Diazonium-Verbindung auf der Faser
erzeugten unlöslichen Azofarbstoffen, indem die Farbstoff-
komponenten zumindest teilweise nacheinander unter alkali-
schen Bedingungen aufgebracht werden und die Farbstoffent-
10 wicklung durch Säureeinwirkung herbeigeführt wird.

Die zum Färben von textilen Artikeln mit sogenannten Ent-
wicklungsfarbstoffen seit langem eingeführte Eisfarben-
technik beruht auf dem Prinzip, den unlöslichen Farbstoff
15 aus zwei relativ kleinen, löslichen und gut diffundieren-
den Teilstücken auf der Faser zusammensetzen.

Im Rahmen dieses Arbeitsgebietes ist in der DE-PS 1 262 957
ein Ausziehverfahren zur Erzeugung von wasserunlöslichen
20 Azofarbstoffen auf Cellulosefasern beschrieben, welches

die Verwendung eines Gemisches von einer Kupplungskomponente (im folgenden kurz "Naphthol" genannt) mit einer stabilisierten und nicht ohne weiteres kupplungsfähigen Diazonium-Verbindung (im folgenden kurz "Diazo-Salz genannt) betrifft. Als solches "Diazo-Salz" benutzt man hier 5 Diazoamino-Verbindungen, welche durch Umsetzung des diazotierten Amins mit Cyanamid erhältlich sind und die im Anschluß an die Aufziehphase unter sauren Bedingungen wieder in die kupplungsfähige Diazonium-Verbindung zurückgebildet 10 sowie zur Kupplung mit dem "Naphthol" gebracht werden. Man erkennt, daß dieses Verfahren, da es "Naphthol" und "Diazo-Salz" gemeinsam aus einem Bade auf die Faser bringt und keine Diazotierung auf der Faser erfordert, sich anwendungstechnisch einfacher stellt als die klassische Färbeweise auf Baumwolle, bei der notwendigerweise Kupplungs- 15 und Diazokomponente aus getrennten Bädern aufgebracht werden müssen. Für die Durchführung in der Praxis wird diese Ausziehtechnik in der Informationsschrift der Hoechst Aktiengesellschaft "Technischer Rat aus Hoechst" / Textil 20 Nr. 164^I erläutert.

Weiterhin ist aus Melliand Textilberichte 40/1959, Heft 3, Seiten 295 - 300 ein Verfahren zum Färben von Polyamidfasern bekannt, gemäß dem man auf das Textilgut aus wäbri- 25 ger Flotte gemeinsam ein alkalisch gelöstes "Naphthol" und eine wasserunlösliche, durch Triazinbildung des diazotierten Amins mit einem sekundären Amin stabilisierte Diazonium-Verbindung im Ausziehprozeß appliziert. Die Abspaltung des stabilisierenden Restes sowie Farbstoffkupplung 30 der beiden Komponenten wird sodann durch Behandlung mit einem frischen, heiße Schwefelsäure enthaltenden Entwicklungsbad herbeigeführt.

Für das Färben von Mischungen aus solchen Polyamidfasern 35 und Cellulosefasern nach der Eisfarbentechnik wird in Melliand Textilberichte, loc.cit. empfohlen, den zuvor beschriebenen Ausziehprozeß unter gemeinsamem Einsatz von

"Naphthol" und der dort genannten stabilisierten, wasserunlöslichen Diazonium-Verbindung mit der alt hergebrachten Färbeweise für Baumwolle zu kombinieren. In diesem Falle wird - vor der Behandlung mit Schwefelsäure zur Farbstoffbildung (aus "Naphthol" und dem "Diazo-Salz") auf der Polyamidfaserkomponente - der Farbton auf dem Cellulosefaseranteil der Mischung durch Entwickeln (aus dem "Naphthol") mit einer zusätzlichen, kupplungsfähigen Diazonium-Verbindung - mit möglichst dem gleichen aromatischen Amin als Basis - erzeugt.

Nicht nur die sehr umständliche und komplizierte Art der Färbevorgänge steht einer breiten Anwendung der vorstehend besprochenen Arbeitsweisen in der Praxis entgegen, es sind auch relativ hohe Farbstoffmengen, die hierfür angewendet werden müssen. Ein ganz erheblicher Nachteil ist jedoch die hohe Abwasserbelastung durch die bei diesen bekannten Methoden nicht ausgenützten verschiedenen Färbe- und Entwicklungsflotten. Hinzu kommt ein mindestens doppelt so hoher Wasserverbrauch für die verschiedenen unumgänglichen Spülvorgänge.

In neuerer Zeit hat ein textiler Artikel aus mit synthetischen Polyamidfäden umsponnenen Polyurethanfäden und Baumwolle - in der Praxis als Stretchcord bezeichnet - zunehmende Bedeutung erlangt. Dabei braucht - wegen der Dichtigkeit der Polyamidumspinnung - die Polyurethanfaser selbst nicht mitgefärbt zu werden, sofern es gelingt, die Polyamidfäden Ton-in-Ton mit dem Baumwollflor zu färben.

Der vorliegenden Erfindung liegt nunmehr die Aufgabe zugrunde, die vorgenannten Nachteile beim Färbe-prozeß unter Verwendung von Kupplungs- und Diazonium-Komponenten aus der Eisfarbentechnik auszuräumen, dabei eine mindestens um die Hälfte verringerte Abwasserbelastung zu erreichen und einen sehr viel niedrigeren Wasserverbrauch herbeizuführen, wobei dann im Falle von Mischungen aus Cellulose-

fasern und synthetischen Polyamidfasern in einem einzigen Arbeitsgang beide Faseranteile gleichzeitig sowie in übereinstimmender Nuance gefärbt werden sollen.

5 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man als Diazokomponente eine wasserlösliche Diazoaminoverbindung aus einem diazotierten, aromatischen oder heterocyclischen Amin und Cyanamid verwendet, daß man das Textilgut bei Temperaturen von 65° bis 75°C mit einer wäßrigen Flotte be-
10 handelt, welche die gelöste Diazokomponente und gegebenenfalls ein Schutzkolloid enthält, danach diese Flotte zusammen mit dem grundierten Textilgut auf Temperaturen von 30° bis 45°C abkühlt sowie bei der erniedrigten Temperatur weiterbehandelt, wobei während dieser beiden Phasen der
15 Färbeoperation bei den unterschiedlichen Temperaturen gleichzeitig die gelöste Kupplungskomponente portionsweise zugesetzt wird, und daß man die zur Freisetzung der Diazonium-Verbindung und Kupplung notwendige Säurebehandlung ohne Flottenwechsel durchführt.

20 Nach der vorliegenden Erfindung werden mit Hilfe einer besonderen Temperatursteuerung beim Ablauf des Färbeprozesses im Zusammenhang mit einer portionsweisen Zugabe der für die Färbung erforderlichen Menge an Kupplungskomponente zu der im Färbebad befindlichen, mit Cyanamid stabilisier-
25 ten Diazonium-Verbindung beide Faseranteile Ton-in-Ton gefärbt. Das erzielte färberische Ergebnis im Zuge der Maßnahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens konnte aber nicht ohne weiteres erwartet werden:

30 Da aufgrund der geringeren Quellbarkeit von hydrophoben Fasern im Vergleich zu Baumwolle Polyamidfasern, auch als Bestandteil von Mischungen mit Cellulosefasern, in Form von Geweben und Gewirken entsprechend den herkömmlichen
35 Praktiken immer bei Kochtemperatur gefärbt werden, war es überraschend, daß bei diesem neuen Verfahren auf Basis der Eisfarbentechnik, bei welchem die Flotte auf maximal etwa

- 75°C erhitzt wird, volle Färbungen resultieren. Desgleichen hat der Fachmann nicht vorhersehen können, daß man unter den erfindungsgemäßen Bedingungen vollkommen egale Färbungen auf dem Polyamidfaseranteil erhält, denn nach bisheriger Ansicht vermögen für dieses synthetische Fasermaterial geeignete Farbstoffe nur bei Kochtemperatur optimal zu migrieren und auf diese Weise ^{die} vorhandene Neigung zu Unregelmäßigkeiten zufriedenstellend auszugleichen.
- 5
- 10 Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden die Kupplungskomponente und das "Diazo-Salz" entsprechend den Lösevorschriften der Hersteller gelöst. Im einzelnen verläuft das neue Färbeverfahren wie folgt:
- 15 Es wird eine wäßrige Färbeflotte angesetzt, die 5 bis 7 cm³/l Natronlauge (32,5 %ig), 0 bis 2 g/l eines Schutzkolloids auf Basis von Sulfitablauge, das im allgemeinen aus Gründen der Badstabilität notwendig ist, und 10 bis 30 g/l Kochsalz bzw. Natriumsulfat enthält. In dieses Bad
- 20 gibt man die für die Färbung erforderliche Menge einer Lösung der mit Cyanamid stabilisierten Diazonium-Verbindung ("Diazo-Salz"), der aus Gründen der Löslichkeit zuvor noch 0,2 bis 0,4 g/l Oleylmethyltaurin zugefügt worden sind. Zum Schluß wird diesem Bade - je nach der verwendeten Kombi-
- 25 nation aus "Naphthol" und "Diazo-Salz" - noch ein Drittel bis zwei Drittel der zum Färben erforderlichen Gesamtmenge der nach der Kaltlösevorschrift gelösten Kupplungskomponente zugesetzt. Das in dieser Weise zubereitete Bad weist vom Lösungsvorgang her bereits eine Temperatur von
- 30 65° bis 75°C, vorzugsweise 70°C, auf oder wird gegebenenfalls auf diese Temperatur aufgeheizt, wenn diese durch zugesetzte Lösungen usw. darunter abgefallen sein sollte.
- Mit dieser Flotte wird das Fasermaterial 20 Minuten lang bei
- 35 der eingestellten Temperatur von 65° bis 75°C gefärbt, dann läßt man die Flotte samt dem darin befindlichen Textilgut auf Temperaturen von 30° bis 45°C abkühlen. Dieser Vorgang

kann durch Zugabe von kaltem Wasser beschleunigt werden, wobei in einem solchen Fall das Färbebad der ersten Stufe von vornherein nicht mit der vollen Flottenmenge angesetzt wird. Im allgemeinen begnügt man sich mit einer reduzierten Färbebadtemperatur, die bei 35° bis 40°C liegt, denn erstens dauert dann der Abkühlvorgang nicht so lange und außerdem muß dafür nicht soviel Energie aufgewendet werden. Beim Erreichen der gewünschten Temperatur wird die Restmenge an Kupplungskomponente zugesetzt und die Ware nochmals 20 Minuten bei der jetzt niedrigeren Temperatur gefärbt. Dieser letztere Vorgang stellt die eigentliche Grundierung für den Cellulosefaseranteil dar.

Nach der vorliegenden Erfindung ist es im Prinzip auch möglich, das textile Material eine kurze Zeit mit der Flotte ohne die Kupplungskomponente bei Färbetemperatur vorlaufen zu lassen und erst dann die Kupplungskomponente zuzusetzen, worauf der Färbeprozess in der zuvor beschriebenen Weise fortgeführt wird.

Nach Ablauf der vorgenannten zweiten Phase der Färbeoperation wird dem Ausziehbad ohne vorherigen Flottenwechsel die für die betreffende Kombination aus "Naphthol" und "Diazo-Salz" in der Informationsschrift der Hoechst Aktiengesellschaft "Technischer Rat aus Hoechst", Textil Nr. 164^I angegebene Menge an Essigsäure zugegeben und das Textilgut unter den eingestellten sauren Bedingungen nochmals 20 bis 30 Minuten bei dieser Temperatur behandelt. Während dieser Zeit findet die Freisetzung der bis dahin stabilisierten Diazonium-Verbindung sowie die Kupplung des Entwicklungsfarbstoffes auf der Faser statt. Anschließend wird die Ware wie üblich geseift und fertiggestellt. Es resultieren brillante und echte Färbungen auf dem Textilmaterial, wobei beide Faseranteile in vollkommen gleichem Farbton angefärbt sind.

Als Farbstoffkomponenten für das neue Verfahren kommen die im Colour Index, 3. Auflage 1971, als Azoic Coupling Com-

ponents ("Naphthole") und die durch Umsetzung mit Cyanamid erhaltenen Diazoaminoverbindungen der diazotierten als Azoic Diazo Components ("Diazo-Salze") aufgelisteten chemischen Verbindungen in Frage.

5

Von den "Naphtholen" werden für das Ausziehverfahren vorzugsweise die mittel- bis hochsubstantiven Produkte eingesetzt.

10 Es sind dies vor allem die

Azoic Coupling Component 23 mit der C.I.-Nr. 37555

Azoic Coupling Component 28 mit der C.I.-Nr. 37541

Azoic Coupling Component 32 mit der C.I. Nr. 37580

15 Azoic Coupling Component 13 mit der C.I.-Nr. 37595

Azoic Coupling Component 25 mit der C.I.-Nr. 37590

und mit gewissen Einschränkungen

Azoic Coupling Component 12 mit der C.I.-Nr. 37550

20 Das neue Verfahren kann für jede Art von Mischgeweben und Mischgewirken aus Cellulose- und Polyamidfasern, in jedem Mischungsverhältnis, angewendet werden. In der Hauptsache werden damit Stretchcorögewebe und Gewirke für Oberbekleidung, wie Nickis und Trainingsanzüge, gefärbt.

25

Die in den nachfolgenden Ausführungsbeispielen verwendete Prozent(%) - Bezeichnung von Angaben über die Zusammensetzung der Fasermischung bzw. für die Stärke von Chemikalien beziehen sich auf "Gewichtsprozent".

Beispiel 1

In einer Jetfärbeanlage sollen 50 kg eines Baumwoll-Polyamidfaser-Mischgewebes mit einem Polyamidfaseranteil von 30 % nach der Ausziehmethode gefärbt werden. Die hierfür
5 notwendigen 600 l Färbeflotte (Flottenverhältnis 1:12) enthalten im Liter Wasser

6 cm³ Natronlauge (32,5 %ig),
2 g eines Schutzkolloids auf Basis Ligninsulfonat und
10 20 g Kochsalz,

die Temperatur beträgt 70°C. In diese Flotte werden

7,5 g/l des durch Umsetzung mit Cyanamid stabilisierten Diazoniumsalzes von Azoic Diazo
15 Component 32 mit der C.I.-Nr. 37090, und
0,3 g/l Oleylmethyltaurin,

in der achtfachen Menge Wasser von 65°C gelöst, eingegossen und gut verrührt.

20 Danach werden dem Flottenansatz außerdem noch

0,75 g/l von Azoic Coupling Component 28 mit
der C.I.-Nr. 37541,

zugemischt, die nach der sogenannten Kaltlösevorschrift (der Formaldehydzusatz unterbleibt) mit einer Mischung aus

25 1,9 cm³ Äthanol denat.,
0,35 cm³ Natronlauge (32,5 %ig) und
1,5 cm³ Wasser von 40°C

gelöst worden sind.

Das eventuell abgekühlte Bad wird nunmehr auf 70°C aufgeheizt und 20 Minuten bei dieser Temperatur gehalten.

30 Während dieser Zeit wird das Textilgut mit der in der vorstehenden Weise zubereiteten Flotte behandelt. Sodann wird die Flotte zusammen mit der Ware auf 35°C abgekühlt. Bei Erreichen dieser Temperatur werden dem Bad nochmals

35 0,75 g/l von Azoic Coupling Component 28
mit der C.I.-Nr. 37541

in gelöster Form (wie oben) zugegeben und das Mischgewebe wird weitere 20 Minuten bei der erniedrigten Temperatur behandelt.

5 Zur Farbstoffentwicklung fügt man der Grundierungsflotte anschließend

12 cm³/l Essigsäure (60 %ig)

zu und behandelt das Färbegut nochmals 20 Minuten bei der eingestellten Temperatur von 35°C unter den jetzt sauren
10 Bedingungen. Zum Abschluß wird die so erzeugte Färbung geseift und wie üblich fertiggestellt.

Als Resultat der beschriebenen Behandlung ist das Mischgewebe auf beiden Faserkomponenten völlig gleichmäßig in
15 einem kräftigen Rot gefärbt.

Beispiel 2

Wie in Beispiel 1 beschrieben werden für das Färben von
60 kg Stretchcord aus einer Polyamidfaser-Baumwoll-Mischung,
20 bei welcher der Polyamidfaseranteil 10 % beträgt, 900 l Färbeflotte (Flottenverhältnis 1:15) angesetzt. Die Temperatur beträgt 73°C. In diese Flotte werden hier

12 g/l des durch Umsetzung mit Cyanamid stabilisierten Diazoniumsalzes von Azoic Diazo
25 Component 11 mit der C.I.-Nr. 37085, und
0,3 g/l Oleylmethyltaurin,

in der achtfachen Menge Wasser von 65°C gelöst, eingegossen und gut verrührt.

30 Danach werden dem Flottenansatz außerdem noch

0,5 g/l von Azoic Coupling Component 32 mit
der C.I.-Nr. 37580

zugesezt, die nach der sogenannten Kaltlösevorschrift (der Formaldehydzusatz unterbleibt) mit einer Mischung aus

35 1 cm³ Äthanol denat.,
0,25 cm³ Natronlauge (32,5 %ig) und
0,5 cm³ Wasser von 60°C

gelöst worden sind.

Mit der in der vorstehenden Weise zubereiteten Flotte wird das Textilgut 20 Minuten sowie bei einer Temperatur von 72°C behandelt. Sodann kühlt man Flotte samt Ware auf 35°C ab. Bei Erreichen dieser Temperatur werden dem Bad nochmals

5 0,5 g/l von Azoic Coupling Component 32 mit der
 C.I.-Nr. 37580

in gelöster Form (siehe oben) zugegeben und der Stretchcord wird weitere 20 Minuten bei der erniedrigten Temperatur behandelt.

10 Zur Farbstoffentwicklung fügt man dem Ausziehbad anschlies-
 send

 12 cm³/l Essigsäure (60 %ig)

zu und läßt die jetzt sauer eingestellte Flotte 20 Minuten
15 bei 35°C auf das Färbegut einwirken. Zum Abschluß wird die so erzeugte Färbung wie üblich geseift und fertiggestellt.

Nach dem Trocknen ist der Stretchcord auf beiden Faseran-
20 teilen der Mischung völlig gleichmäßig in einem kräftigen Rot gefärbt.

Beispiel 3

40 kg von Zellwolle-Polyamidfaser-Wirkware mit einem Poly-
25 amidfaseranteil von 20 % werden in 1000 l Färbeflotte entsprechend Beispiel 1 (Flottenverhältnis 1:25) auf einer Haspelkufe gefärbt. In diese Flotte werden im vorliegenden Fall

30 0,3 g/l des durch Umsetzung mit Cyanamid stabilisierten
 Diazoniumsalzes von Azoic Diazo
 Component 5 mit der C.I.-Nr. 37125, und
 0,2 g/l Oleylmethyltaurin

35 in der achtfachen Menge Wasser von 65°C gelöst, eingegossen und gut verrührt.

Danach werden dem Flottenansatz außerdem noch

1 g/l von Azoic Coupling Component 28 mit der
C.I.-Nr. 37541

5 zugesetzt, welches man nach der sogenannten Kaltlösevor-
schrift (jedoch ohne Formaldehyd) mit einem Gemisch aus

2,5 cm³ Äthanol denat.,
0,5 cm³ Natronlauge (32,5 %ig) sowie
2 cm³ Wasser von 40°C

10 in Lösung gebracht hat.

Nach Aufheizen auf 70°C wird das Textilgut mit dieser
Flotte 20 Minuten lang behandelt, worauf man Flotte und
Ware gemeinsam auf 35°C abkühlt. Bei Erreichen dieser

15 Temperatur werden dem Bad nochmals

0,5 g/l von Azoic Coupling Component 28 mit der
C.I.-Nr. 37541

in gelöster Form (analog oben) zugefügt und das Gewirke
20 wird weitere 20 Minuten bei der erniedrigten Temperatur
behandelt.

Ohne Flottenwechsel gibt man zu dem Ausziehbad anschlies-
send

25 12 cm³/l Essigsäure (60 %ig)

zu und setzt das Färbegut 20 Minuten bei 35°C dem jetzt
eingestellten sauren Milieu aus. Bei diesem letzter-
wähnten Schritt wird der Farbstoff auf den beiden Faser-
komponenten entwickelt. Die in dieser Weise erhaltene
30 Färbung wird zum Abschluß geseift und wie üblich fertig-
gestellt.

Die nach der obigen Vorschrift behandelte Ware ist auf
beiden Faserkomponenten völlig gleichmäßig in einem tiefen
35 Rotton gefärbt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zum einbadigen, gleichmäßigen Ton-in-Ton-Färben von textilen Geweben oder Gewirken aus Mischungen von Cellulosefasern und synthetischen Polyamidfasern nach der Ausziehmethode mit aus Kupplungskomponente und Diazokomponente in Form einer stabilisierten Diazonium-Verbindung auf der Faser erzeugten unlöslichen Azofarbstoffen, indem die Farbstoffkomponenten zumindest teilweise nacheinander unter alkalischen Bedingungen aufgebracht werden und die Farbstoffentwicklung durch Säureeinwirkung herbeigeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß man als Diazokomponente eine wasserlösliche Diazoaminoverbindung aus einem diazotierten, aromatischen oder heterocyclischen Amin und Cyanamid verwendet, daß man das Textilgut bei Temperaturen von 65° bis 75°C mit einer wäßrigen Flotte behandelt, welche die gelöste Diazokomponente und gegebenenfalls ein Schutzkolloid enthält, danach diese Flotte mit dem grundierten Textilgut auf Temperaturen von 30° bis 45°C abkühlt sowie bei der erniedrigten Temperatur weiterbehandelt, wobei während dieser beiden Phasen der Färbeoperation bei den unterschiedlichen Temperaturen gleichzeitig die gelöste Kupplungskomponente portionsweise zugesetzt wird, und daß man die zur Freisetzung der Diazonium-Verbindung und Kupplung notwendige Säurebehandlung ohne Flottenwechsel durchführt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die gelöste Kupplungskomponente in einer Menge von 1/3 bis 2/3 des Volumens der erforderlichen Gesamtmenge dem etwa 70°C warmen Bad und den Rest davon der abgekühlten Flotte zusetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die erste Phase der Färbeoperation bei Temperaturen von 65° bis 70°C, die zweite Phase bei Temperaturen von 35° bis 40°C durchführt.



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<p>AMERICAN DYESTUFF REPORTER, Band 55, Nr. 10, 24. Oktober 1966, New York, US, H.E. SCHNEIDER: "Practical aspects of exhaust dyeing with naphthols" Seiten 22-26</p> <p>* Seite 25, Spalten 2,3; Absatz "Polyamide" bis Seite 26, Spalte 1, Absatz 2 *</p> <p>--</p>	1-3	D 06 P 3/852 3/28 3/68 1/12
DA	<p><u>DE - B - 1 262 957 (HOECHST)</u></p> <p>* Ansprüche; Spalten 1-4 ganz; Beispiele 11,14 *</p> <p>--</p>	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)
A	<p><u>GB - A - 772 593 (HOECHST)</u></p> <p>* Das ganze Dokument *</p> <p>--</p>	1	D 06 P 3/852 3/28 3/68 1/12
A	<p><u>FR - A - 882 821 (I.G. FARBEN)</u></p> <p>* Das ganze Dokument *</p> <p>----</p>	1	
			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
<p>Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.</p>			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	20-05-1980	DEKEIREL	