

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 499 090 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **92101415.5**

51 Int. Cl.⁵: **D06P 3/52, D06P 3/82**

22 Anmeldetag: **29.01.92**

30 Priorität: **15.02.91 DE 4104655**

71 Anmelder: **HOECHST MITSUBISHI KASEI CO., LTD.**
10-33, Akasaka 4-chome
Minato-ku, Tokyo(JP)

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
19.08.92 Patentblatt 92/34

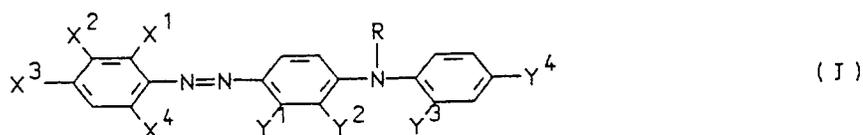
72 Erfinder: **Bühler, Ulrich, Dr.**
Kastanienweg 8
W-8755 Alzenau(DE)

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE ES FR GB IT LI

74 Vertreter: **Urbach, Hans-Georg, Dr.**
CASELLA AKTIENGESELLSCHAFT
Patentabteilung Hanauer Landstrasse 526
W-6000 Frankfurt am Main 61(DE)

54 Verfahren zum Färben von Polyester und polyesterhaltigen Textilmaterialien.

57 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I



einsetzt,
worin X¹ bis X⁴, Y¹ bis Y⁴ sowie R wie in Anspruch 1 angegeben definiert sind.

EP 0 499 090 A1

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien.

In der Regel werden Polyester oder polyesterhaltige Textilmaterialien mit Dispersionsfarbstoffen aus wäßrigem Färbebad bei HT-Bedingungen in einem Temperaturbereich von 120 bis 140°C bei pH-Werten von 4 bis 6 gefärbt, da bei höheren pH-Werten die Dispersionsfarbstoffe teilweise oder ganz zerstört werden. Bei höheren pH-Werten kommt es zu Farbstärkeverlusten und Farbtonabweichungen beim Färben und die Färbungen sind nicht reproduzierbar. Nun wird normalerweise die Polyesterfaser in einem separaten Schritt vor dem Färben einer alkalischen Spülbehandlung unterworfen, um Hilfsmittel, die beim Weben oder Spinnen der Fasern eingesetzt worden sind, zu entfernen. Diese Hilfsmittel sind z.B. Ölungs- oder Schlichtemittel, die bei ihrem Vorhandensein ein egales Anfärben der Polyesterfaser erschweren oder unmöglich machen würden. Die alkalische Behandlung wird auch durchgeführt, um Oligomere der Polyesterfaser, die beim Färbvorgang aus dem Faserinnern herausgetreten sind und die Färbung unegal erscheinen lassen, zu zerstören und in der wäßrigen Färbeflotte zu halten.

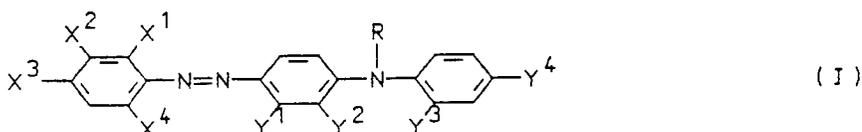
Diese alkalische Spülbehandlung wird zweckmäßigerweise bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Um Zeit und Energie zu sparen und um die Anzahl der für beide Prozesse, alkalische Vorbehandlung und Färben, benötigten Apparate zu reduzieren, war es schon immer das Ziel, beide Prozesse zu einem Ein-Bad-Spül- und Färbeverfahren zu vereinigen. Zur Realisierung dieses Zieles müssen allerdings Verfahren entwickelt werden, die im wäßrigen Färbebad bei pH 8 bis pH 11 reproduzierbare Färbungen ergeben.

Polyester-Zellulose- bzw. Polyester-Polyamid-Mischgewebe werden mit Dispergier- bzw. Reaktivfarbstoffen aus wäßrigem Färbebad in der Regel in zwei Färbeschritten gefärbt. Wie oben erwähnt, werden dabei die Dispersionsfarbstoffe auf dem Polyesteranteil bei pH 4 bis 6 appliziert, der Reaktivfarbstoffe auf den Zellulose- bzw. Polyamid-Anteil im pH-Bereich zwischen pH 11 und 13. Auch hier war es in der Vergangenheit das Ziel, ein einbadiges Applikationsverfahren für beide Farbstoffklassen zu entwickeln. Hierfür hat man nach Reaktivfarbstoffen gesucht, die bereits bei pH-Werten zwischen 8 und 11 gefärbt werden können, und es waren auch hier Verfahren erforderlich, die sicherstellen, daß unter diesen Bedingungen der Polyesteranteil mit Dispersionsfarbstoffen reproduzierbar gefärbt werden kann.

Zur Behebung der Mängel bisheriger Verfahren wird in der DOS-39 38 631 eine Methode beschrieben, bei der Dispersionsfarbstoffe in pH-Bereich zwischen pH 8 und 10 in Gegenwart mindestens einer, gegebenenfalls am Stickstoff substituierter Aminosäure und/oder eines Alkalimetallsalzes einer gegebenenfalls am Stickstoff substituierten Aminosäure gefärbt werden.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß sich bei pH-Werten zwischen 8 und 11 auch ohne die in der DOS-39 38 631 als Färbereihilfsmittel beschriebene Aminosäuren und -derivate reproduzierbare Färbungen erzielen lassen, wenn man Farbstoffe der allgemeinen Formel I einsetzt.

Die Erfindung betrifft somit ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I



einsetzt,

in der

X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,

X³ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom,

Y¹ Wasserstoff oder Methyl,

Y² Wasserstoff,

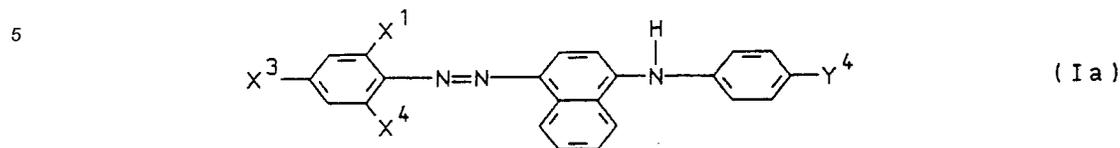
Y³ Wasserstoff,

Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen und

R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann,

bedeuten, wobei Y¹ statt Wasserstoff oder Methyl und Y² statt Wasserstoff auch zusammen mit dem sie tragenden Benzolkern einen Naphthylrest und Y² und Y³ statt Wasserstoff zusammen eine direkte Bindung bilden können.

Ein bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ia,



10

eingesetzt werden,

in der

X¹ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

15

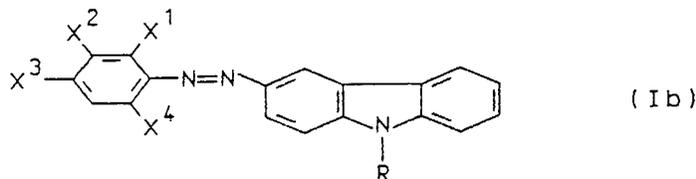
X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und

Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

Ein bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren ist auch ein Verfahren, bei dem ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ib

20



25

eingesetzt werden,

30 in der

X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,

X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und

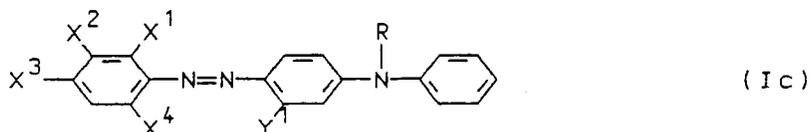
35

R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann,

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

Schließlich ist auch ein Färbeverfahren bevorzugt, bei dem ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ic

40



45

eingesetzt werden, in der

X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

50

X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,

X³ Nitro, Chlor, Brom oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen

X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom,

Y¹ Wasserstoff oder Methyl und

55

R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, substituiert sein kann,

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

Ein bevorzugter Rest X² in den Farbstoffen der allgemeinen Formel I ist Wasserstoff. Bevorzugte Reste X³ sind Nitro und Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder aber Chlor und Brom, wenn gleichzeitig X¹ Nitro

oder Methylsulfonyl bedeutet, wobei, wenn X¹ Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X³ Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt. Bevorzugte Reste R sind Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen.

Besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ia sind solche, in denen X¹ Nitro oder Methylsulfonyl, X³ Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen und Y⁴ Wasserstoff, Methyl, Ethyl, Methoxy oder Ethoxy bedeuten, wobei entweder X¹ oder X³ Nitro bedeutet. Ganz besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ia sind solche, in denen X¹ Nitro, X³ Nitro, X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und Y⁴ Wasserstoff bedeuten.

Besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ib sind solche, in denen X¹ Chlor, Brom, Nitro oder Methylsulfonyl, X² Wasserstoff, X³ Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen, X⁴ Wasserstoff und R Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen bedeuten, wobei, wenn X¹ Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X³ Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt. Ein ganz besonders bevorzugter Farbstoff der allgemeinen Formel Ib ist der, in dem X¹ Chlor, X³ Nitro und X², X³ und R Wasserstoff bedeuten.

Besonders bevorzugte Farbstoffe der allgemeinen Formel Ic sind solche, in denen X¹ Chlor, Brom, Nitro oder Methylsulfonyl, X² Wasserstoff, X³ Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen, X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom, Y¹ Wasserstoff oder Methyl und R Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und insbesondere Wasserstoff bedeuten, wobei, wenn X¹ Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X³ Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt.

Die Farbstoffe der allgemeinen Formel I sind bekannt und z.B. in der DE-22 12 755 und in der DE-31 63 272 beschrieben.

Das erfindungsgemäße HT-Verfahren wird bevorzugt im Färbeautoklaven durchgeführt.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zu färbenden Polyester sind insbesondere solche auf Basis von Polyethylenglykolteterephthalaten. Polyesterhaltige Textilmaterialien sind Mischungen aus Polyester und Polyamiden und insbesondere Polyester/Cellulose-Mischgewebe.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden die Farbstoffe oder Farbstoffmischungen in feiner Verteilung eingesetzt. Die Feinverteilung der Farbstoffe erfolgt in an sich bekannter Weise dadurch, daß man den in der Fabrikation anfallenden Farbstoff zusammen mit Dispergiermitteln in einem flüssigen Medium, vorzugsweise in Wasser, aufschlämmt und die Mischung der Einwirkung von Scherkräften aussetzt, wobei die ursprünglich vorhandenen Farbstoffteilchen mechanisch so weit zerkleinert werden, daß eine optimale spezifische Oberfläche erreicht wird und die Sedimentation des Farbstoffs möglichst gering ist. Die Teilchengrößen der Farbstoffe liegt im allgemeinen zwischen 0,5 und 5 µm, vorzugsweise bei etwa 1 µm.

Die bei dem Mahlvorgang mitverwendeten Dispergiermittel können nichtionogen oder anionaktiv sein. Nichtionogene Dispergiermittel sind z.B. Umsetzungsprodukte von Alkylenoxiden, wie z.B. Ethylen- oder Propylenoxid mit alkylierbaren Verbindungen, wie z.B. Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren, Phenolen, Alkylphenolen und Carbonsäureamiden. Anionaktive Dispergiermittel sind beispielsweise Ligninsulfonate, Alkyl- oder Alkylarylsulfonate oder Alkyl-aryl-polyglykolethersulfonate.

Die so erhaltenen Farbstoffzubereitungen sollen für die meisten Anwendungsweisen gießbar sein. Der Farbstoff- und Dispergiermittelgehalt ist daher in diesen Fällen limitiert. Im allgemeinen werden die Dispersionen auf einen Farbstoffgehalt bis zu 50 Gew.% und einen Dispergiermittelgehalt bis zu etwa 25% eingestellt. Aus ökonomischen Gründen werden Farbstoffgehalte von 15 Gew.% meist nicht unterschritten.

Die Dispersionen können noch weitere Hilfsmittel enthalten, z.B. solche, die als Oxidationsmittel wirken, wie z.B. Natrium-m-nitrobenzolsulfonat oder fungicide Mittel, wie z.B. Natrium-o-phenyl-phenolat und Natriumpentachlorphenolat.

Für gewisse Anwendungsbereiche werden Pulvereinstellungen bevorzugt. Diese Pulver enthalten den Farbstoff oder das Farbstoffgemisch, Dispergiermittel und andere Hilfsmittel, wie z.B. Netz-, Oxydations-, Konservierungs- und Entstaubungsmittel.

Ein bevorzugtes Herstellungsverfahren für pulverförmige Farbstoffzubereitungen besteht darin, daß den oben beschriebenen flüssigen Farbstoffdispersionen die Flüssigkeit entzogen wird, z.B. durch Vakuumtrocknung, Gefriertrocknung, durch Trocknung auf Walzentrocknern, vorzugsweise aber auch durch Sprühtrocknung.

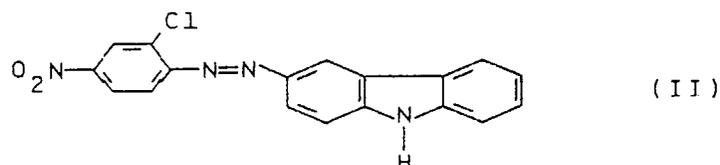
Zur Herstellung der Färbeflotten werden die erforderlichen Mengen der Farbstoffeinstellungen, die gemäß den obigen Angaben hergestellt wurden, mit dem Färbemedium, vorzugsweise mit Wasser, so weit verdünnt, daß sich für die Färbung ein Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:50 ergibt. Zusätzlich werden den Flotten im allgemeinen weitere Färbereihilfsmittel, wie Dispergier-, Netz- und Fixierhilfsmittel zugesetzt.

Der erforderliche pH-Wert der Färbeflotte wird vor bzw. auch während des Färbens durch Zugabe von Basen wie Alkalihydroxiden, z.B. wäßriger Natronlauge, Alkalihydrogencarbonaten, z.B. Natriumhydrogencarbonat oder Alkalicarbonaten z.B. Soda, eingestellt. Ein bevorzugter pH-Wert ist pH 9 bis 10.

Um pH-Schwankungen zu minimieren, werden vorzugsweise Puffersubstanzen zugesetzt, wie sie z.B. in JSDC, 77 (1979) S. 47 oder JSDC 79 (1981), S. 115 beschrieben sind. Besonders geeignete Puffersubstanzen sind solche, die im pH-Bereich zwischen 9 und 11 die größte Pufferwirkung besitzen. Geeignete Puffersysteme sind z.B. Essigsäure/ Natriumpyrophosphat, Borsäure/Borax, Natriumdihydrogenphosphat/Dinatriumhydrogenphosphat, Phosphorsäure/Bernsteinsäure/Borsäure oder Kombinationen organischer Phosphorverbindungen mit Polycarbonsäuren. Die Einsatzmengen an Puffersystem liegen vorzugsweise zwischen 0,5 und 10 g/l. An den nachfolgenden Beispielen soll der Erfindungsgedanke näher erläutert werden.

10 Beispiel 1

1,5 g einer 20%igen Flüssigpräparation des Farbstoffs der Formel II



20

werden in einem Färbeautoklav in einer Färbeflotte bestehend aus 2 l Wasser, 2 g eines Färbereihilfsmittels auf Basis Formaldehydkondensationsprodukt und 5 g einer Puffersubstanz, die eine Mischung aus einer organischen Phosphorverbindung und einer Polycarbonsäure darstellt, 45 Min. bei 130°C auf 100 g eines Gewebes aus Polyethylenterephthalat gefärbt, nachdem vorher der pH-Wert der Färbeflotte mit wässriger Natronlauge auf 9 gestellt wurde. Danach wird die Färbung reduktiv nachgereinigt, gespült und getrocknet. Man erhält so eine orangefarbene Färbung.

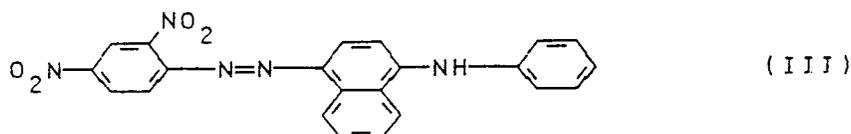
25

Die Färbung wird wiederholt, wobei als Puffersubstanz jetzt 4 g Natriumacetat zugesetzt und der pH-Wert der Färbeflotte mit Essigsäure auf 4,5 eingestellt wird. Die resultierende orangefarbene Färbung dient bei einem farbmetrischen Vergleich mit der pH 9-Färbung als Bezug. Die farbmetrischen Werte der pH9-Färbung sind demgegenüber: Farbstärke: 101,6 %, ΔH 0,02, ΔC - 0,33, d.h. beide Färbungen sind praktisch farbtongleich. Der Farbstoff hat sich bei pH 9 praktisch nicht zersetzt.

30

Beispiel 2

35 Ersetzt man den Farbstoff der Formel II im Beispiel 1 durch 4 g einer 10%igen Flüssigpräparation des Farbstoffs der Formel III



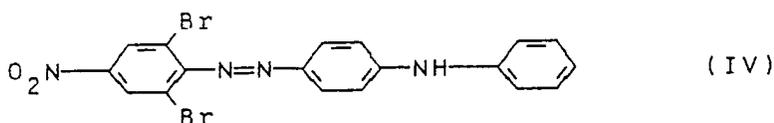
45 puffert die Färbeflotte mit einer Mischung 3,6 ml Phosphorsäure, 4 g Bernsteinsäure und 4 g Borsäure und stellt den pH-Wert der Färbeflotte mit wässriger Natronlauge auf 10, so erhält man eine dunkelbraune Färbung. Diese Färbung zeigt im Vergleich zu einer bei pH 4,5 durchgeführten Färbung die folgenden farbmetrischen Werte: Farbstärke: 101,9 %, ΔH - 0,59, ΔC 0,02. Auch hier hat sich bei erhöhtem pH-Wert der Farbstoff praktisch nicht zersetzt.

50

Beispiel 3

Ersetzt man den Farbstoff der Formel II in Beispiel 1 durch 3 g einer 10%igen Flüssigeinstellung des Farbstoffs der Formel IV

55



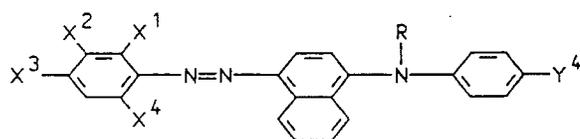
5

und färbt bei pH 9,5, so zeigt die resultierende gelbbraune Färbung im Vergleich zu der bei pH 4,5 erhaltenen die folgenden farbmetrischen Werte: Farbstärke: 102 %, ΔH - 0,16, ΔC 0,1 und ist somit ebenfalls nahezu farbtongleich.

10 In den nachfolgenden Tabellen sind weitere Farbstoffe aufgeführt, die nach dem erfindungsgemäßen verfahren eingesetzt werden können.

T a b e l l e 1

15



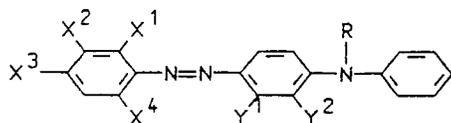
20

25 X^1 X^2 X^3 X^4 R Y^4 Farbe auf Polyester

30	NO_2	H	NO_2	H	H	CH_3	blaustichiges Braun
	NO_2	H	NO_2	H	H	OC_2H_5	Schwarzbraun
	NO_2	H	NO_2	H	H	iC_3H_7	Grau
	NO_2	H	NO_2	H	CH_3	H	trübes, rotstichiges Blau
35	NO_2	H	NO_2	Cl	H	H	Marineblau
	NO_2	H	NO_2	Br	H	H	Marineblau
	NO_2	H	NO_2	Br	H	CH_3	Marineblau
40	NO_2	H	NO_2	Cl	H	OCH_3	Blau
	NO_2	H	H	H	H	H	trübes Scharlach
	SO_2CH_3	H	NO_2	H	H	H	trübes Violett
45	NO_2	H	$SO_2nC_4H_9$	H	H	H	trübes Violett
	H	Cl	NO_2	H	H	H	rotbraun

50

55

Tabelle 2

5

10

	X ¹	X ²	X ³	X ⁴	Y ¹	Y ²	R	Farbe auf Polyester
	Cl	H	H	Cl	H	H	H	gelbbraun
	Cl	H	H	Br	H	H	H	gelbbraun
20	Br	H	H	Br	CH ₃	H	H	rotbraun
	Cl	H	H	Cl	CH ₃	H	H	rotbraun
	Cl	H	H	Cl	H	H	C ₂ H ₅	trübes Scharlach
	Br	H	H	Br	H	H	CH ₂ CH=CH ₂	rotbraun
25	Br	H	H	Cl	H	CH ₃	H	gelbbraun
	NO ₂	H	NO ₂	H	H	H	H	trübes Rot
	SO ₂ CH ₃	H	NO ₂	H	CH ₃	H	H	scharlach
30	NO ₂	H	Cl	H	H	H	H	gelbbraun
	Cl	H	NO ₂	H	H	H	H	orange
	NO ₂	H	NO ₂	Cl	H	H	CH ₃	bordeaux
	SO ₂ CH ₃	H	NO ₂	Br	H	H	H	bordeaux
35	H	Cl	NO ₂	Cl	H	H	H	orange
	H	NO ₂	H	H	CH ₃	H	H	gelbbraun
	Br	H	NO ₂	Br	H	H	(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	rotbraun
40	Cl	H	SO ₂ C ₂ H ₅	H	H	H	H	orange
	Cl	H	NO ₂	H	CH ₃	H	H	rot
	H	H	NO ₂	H	CH ₃	H	H	scharlach

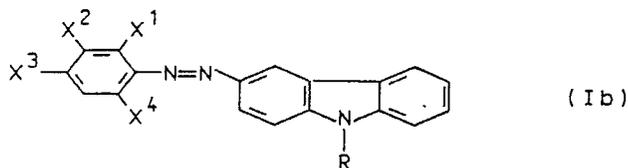
45

50

55

Tabelle 3

5



10

X ¹	X ²	X ³	X ⁴	R	Farbe auf Polyester
----------------	----------------	----------------	----------------	---	---------------------

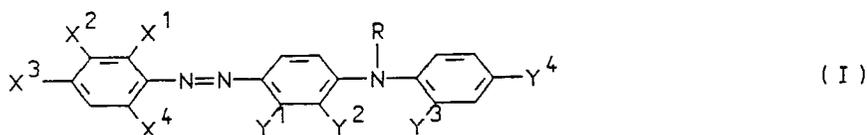
15

Cl	H	NO ₂	H	C ₂ H ₅	orange
Cl	H	NO ₂	H	CH ₂ CH=CH ₂	orange
H	H	NO ₂	H	H	gelbstichiges Orange
H	Cl	NO ₂	Cl	H	orange
NO ₂	H	NO ₂	H	H	rotbraun
NO ₂	H	NO ₂	H	nC ₄ H ₉	rotbraun
NO ₂	H	Cl	H	H	gelbstichiges Orange
SO ₂ CH ₃	H	NO ₂	H	H	orange
NO ₂	H	SO ₂ C ₃ H ₇	H	C ₂ H ₅	trübes Orange
H	Cl	NO ₂	H	H	gelbstichiges Orange
NO ₂	H	NO ₂	Br	CH ₃	trübes Rot

35 **Patentansprüche**

1. Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einem oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I

40



45

einsetzt,
in der

- X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 X³ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 Y¹ Wasserstoff oder Methyl
 Y² Wasserstoff,
 Y³ Wasserstoff,
 Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen und
 R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann,

55

bedeuten,

wobei Y¹ statt Wasserstoff oder Methyl und Y² statt Wasserstoff auch zusammen mit dem sie tragenden Benzolkern einen Naphthylrest und Y² und Y³ statt Wasserstoff zusammen eine direkte Bindung bilden können.

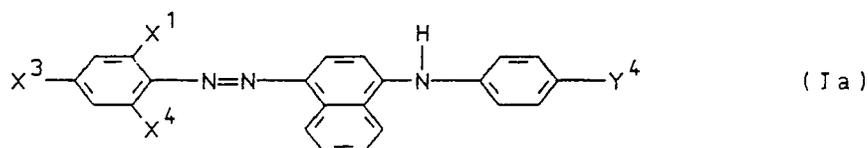
5

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel I X² Wasserstoff, X³ Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder aber Chlor oder Brom, wenn gleichzeitig X¹ Nitro oder Methylsulfonyl ist, sowie R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, bedeuten, wobei, wenn X¹ Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X³ Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen sein kann und umgekehrt.

10

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ia

15



20

einsetzt, in der

X¹ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

25

X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und

Y⁴ Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen,

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

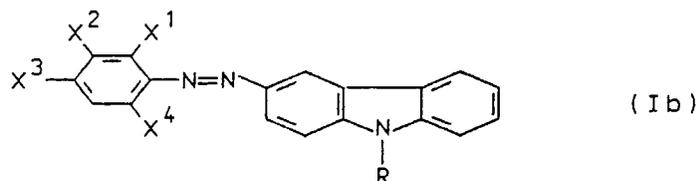
4. Verfahren gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel Ia

30

X¹ Nitro, X³ Nitro, X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und Y⁴ Wasserstoff bedeuten.

5. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ib

35



40

einsetzt, in der

X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

45

X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,

X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,

X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom und

R Wasserstoff, Allyl, Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, substituiert sein kann,

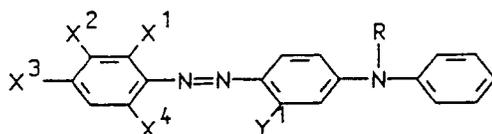
50

bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

6. Verfahren gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel Ib X¹ Chlor, X³ Nitro und X², X³ und R Wasserstoff bedeuten.

55

7. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel Ic



(Ic.)

5

einsetzt, in der

- X¹ Wasserstoff, Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X² Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 X³ Chlor, Brom, Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen
 X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom
 Y¹ Wasserstoff oder Methyl und
 R Wasserstoff, Allyl oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, das gegebenenfalls durch Alkoxy mit 1 bis
 4 C-Atomen substituiert sein kann,
 bedeuten, wobei X¹ und X³ nicht gleichzeitig für Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen stehen können.

10

15

8. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel Ic

- X¹ Chlor, Brom, Nitro oder Methylsulfonyl,
 X² Wasserstoff,
 X³ Nitro oder Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
 X⁴ Wasserstoff, Chlor oder Brom,
 Y¹ Wasserstoff oder Methyl und
 R Allyl oder Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und insbesondere Wasserstoff
 bedeuten, wobei, wenn X¹ Methylsulfonyl ist, nicht gleichzeitig X³ Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 C-Atomen
 sein kann oder umgekehrt.

20

25

9. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbung bei pH 9 bis pH 10 durchführt.

30

10. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Färbung in Gegenwart einer oder mehrerer Puffersubstanzen durchgeführt wird, die in dem jeweils verwendeten pH-Bereich puffern.

35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 10 1415

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
X	EP-A-0 034 716 (BASF) * das ganze Dokument * ---	1-4, 9, 10	D06P3/52 D06P3/82
X	DE-A-2 212 755 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument * ---	1, 5, 6, 9, 10	
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 100, no. 14, 2, April 1984, Columbus, Ohio, US; abstract no. 105089, 'Monoazo disperse dye.' Seite 86 ; * Zusammenfassung * & JP-A-58 160 356 (SUMIMOTO CHEMICAL CO.) 22. September 1983 ---	1, 7-10	
A	EP-A-0 035 671 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument * ---	1-10	
A	FR-A-1 185 413 (HOECHST) * Beispiel 6 * -----	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			D06P C09B
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 06 APRIL 1992	Prüfer DELZANT J-F.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer andern Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			