

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 540 936 A1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **92117958.6**

(51) Int. Cl.⁵: **D06P 3/82**

(22) Anmeldetag: **21.10.92**

(30) Priorität: **07.11.91 DE 4136654**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
12.05.93 Patentblatt 93/19

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

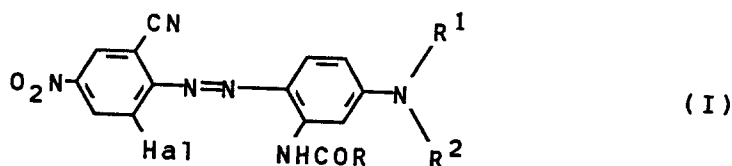
(71) Anmelder: **HOECHST MITSUBISHI KASEI CO., LTD.**
10-33, Akasaka 4-chome
Minato-ku, Tokyo(JP)

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

(74) Vertreter: **Urbach, Hans-Georg, Dr. et al**
CASELLA AKTIENGESELLSCHAFT,
Patentabteilung, Hanauer Landstrasse 526
W-6000 Frankfurt am Main 60 (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,

in der

Hal Chlor oder Brom

R Alkyl mit 3 bis 7 C-Atomen und

R¹ und R² unabhängig voneinander lineares Alkyl mit 2 bis 5 C-Atomen oder Allyl bedeuten.

EP 0 540 936 A1

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

In der Regel wird textiles 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 somit 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 Faser 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 Faserinneren 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 Dispersier- 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, die 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.

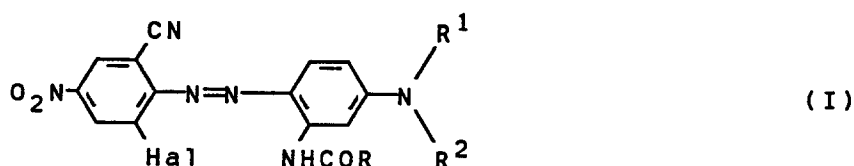
Zur Behebung der Mängel bisheriger Verfahren wird in der DOS-39 38 631 eine Methode beschrieben, bei der Dispersionsfarbstoffe in pH-Bereich zwischen pH 8 und 10 in Gegenwart mindestens einer, gegebenenfalls am Stickstoff substituierter Aminosäure und/oder eines Alkalimetallsalzes einer gegebenenfalls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

Auch unter Anwendung dieser Methode ist es jedoch nicht möglich, mit den derzeit auf dem Markt befindlichen Azo-Blaufarbstoffen im genannten pH-Bereich klare Blaufärbungen ohne Einbuße an Brillanz und Farbstärke, ohne Farbtonabweichung und ohne deutlich höhere Belastung des Färbereiabwassers durch hydrolysierten Farbstoff zu erzeugen.

Es ist literaturbekannt, daß Azo-Blaufarbstoffe mit o-ständiger Cyanogruppe in der Diazokomponente in der Regel eine limitierte pH-Stabilität haben, die bei pH 7 endet (s. Rev. Prog. Coloration, Vol. 17, Seite 72 ff (1987), Tabelle 3).

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß sich die genannten Probleme beheben lassen, wenn man Farbstoffe der allgemeinen Formel I mit den angegebenen Bedeutungen für die Substituenten am Chromophor 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

Hal Chlor oder Brom

R Alkyl mit 3 bis 7 C-Atomen und

R¹ und R² unabhängig voneinander lineares Alkyl mit 2 bis 5 C-Atomen oder Allyl bedeuten.

Alkylreste mit 3 bis 7 C-Atomen, die für R stehen können, sind z. B. n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, sek. Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, Pentyl-2, Pentyl-3, i-Pentyl, n-Hexyl und Heptyl-3.

Lineare Alkylreste mit 2 bis 5 C-Atomen, die für R¹ und R² stehen können, sind Ethyl, n-Propyl, n-Butyl und n-Pentyl.

5 Bevorzugte Reste R sind n-Propyl und i-Propyl. Besonders bevorzugte Reste sind n-Butyl, i-Butyl, Pentyl-2, Pentyl-3 und i-Pentyl. Ein ganz besonders bevorzugter Rest R ist n-Pentyl.

Bevorzugte Reste R¹ und R² sind n-Propyl, n-Butyl und Allyl. Ein besonders bevorzugter Rest ist Ethyl.

Bevorzugt sind R¹ und R² gleich. Besonders bevorzugt bedeuten R¹ und R² Ethyl.

10 Bevorzugt ist die Summe der C-Atome in den Resten R, R¹ und R² 8 oder 10, besonders bevorzugt ist sie 9.

Bevorzugt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren einzusetzende Farbstoffe sind solche mit bevorzugten oder besonders bevorzugten Resten R, R¹ und R².

15 Besonders bevorzugt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren einzusetzende Farbstoffe sind solche mit R gleich Pentyl, insbesondere n-Pentyl und R¹ und R² gleich Ethyl.

Ein bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren ist weiter ein Verfahren, bei dem Mischungen von Farbstoffen mit bevorzugten oder besonders bevorzugten Resten R, R¹ und R² eingesetzt werden.

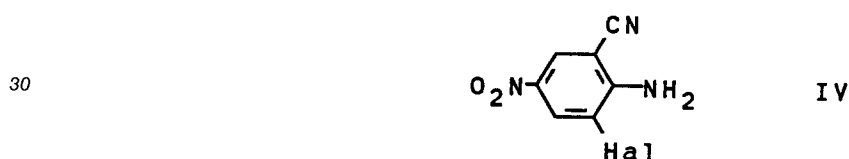
Bevorzugt sind diese Mischungen Dreier-Mischungen, besonders bevorzugt Zweier-Mischungen.

Der Anteil einer Mischungskomponente in einer Zweier-Mischung beträgt bevorzugt 10 bis 90 Gew%.

20 Er ist besonders bevorzugt 30 bis 70 Gew% und ganz besonders bevorzugt 40 bis 60 Gew%.

Der Anteil einer Mischungskomponente in einer Dreier-Mischung beträgt bevorzugt 5 bis 80 Gew%. Er ist besonders bevorzugt 20 bis 40 Gew%.

25 Farbstoffe der allgemeinen Formel I und ihre Mischungen sind z. T. bekannt und in der EPA 324 409 bzw. 324 404 beschrieben. Dort nicht beschriebene Farbstoffe können aber analog den dortigen Angaben in an sich bekannter Weise hergestellt werden, indem ein Amin der allgemeinen Formel IV



35 diazotiert und auf eine Kupplungskomponente der allgemeinen Formel V



wobei Hal, R, R¹ und R² wie oben angegeben definiert sind, gekuppelt wird.

45 Bevorzugt wird das erfindungsgemäße Verfahren bei pH 9 bis pH 10 durchgeführt.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird bevorzugt im Färbeautoklaven durchgeführt.

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

50 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

55 eine optimale spezifische Oberfläche erreicht wird und die Sedimentation des Farbstoffs möglichst gering ist. Die Teilchengrößen der Farbstoffe liegen 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 Vakuum-trocknung, Gefriertrocknung, durch Trocknung auf Walzentrocknern, vorzugsweise aber auch durch Sprüh-trocknung.

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.

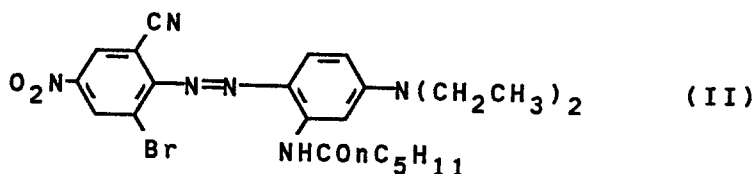
Der erforderliche pH-Wert der Färbeflotte wird vor bzw. auch während des Färbens durch Zugabe von Basen wie Alkalihydroxiden, z.B. wäßriger Natronlauge, Alkalihydrogencarbonaten, z.B. Natriumhydrogencarbonat oder Alkalicarbonaten z.B. Soda, eingestellt. Ein bevorzugter pH-Wert ist pH 9 bis 10.

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.

Beispiel 1

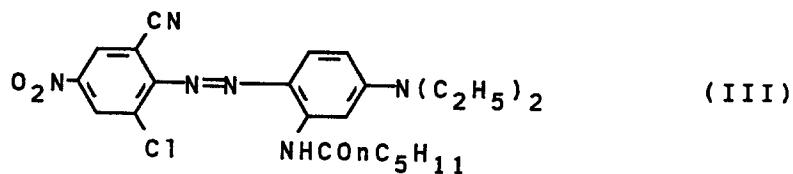
1,5 g einer 20%igen Pulverpräparation des Farbstoffs der Formel II



werden in einem Färbeautoklaven 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 9,5 gestellt wurde. Danach wird die Färbung gespült, reduktiv gereinigt, sowie gespült und getrocknet. Man erhält so eine blautichig rote Färbung mit klarem Farbton. 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 Färbung ist praktisch farbtongleich, der Farbstoff hat sich bei pH 9,5 praktisch nicht zersetzt.

Beispiel 2

Ersetzt man den Farbstoff der Formel II in Beispiel 1 durch 2 g einer 10%igen Flüssigpräparation des Farbstoffs der Formel III



puffert die Färbeflotte mit einer Mischung aus 3,6 ml Phosphorsäure, 4 g Bernsteinsäure und 4 g Borsäure und stellt den pH-Wert der Färbeflotte auf 9, so erhält man ebenfalls eine klare blaue Färbung, die ebenfalls praktisch farbstärke- und farbtongleich zur entsprechenden Färbung bei pH 4,5 ist.

In der nachfolgenden Tabelle sind weitere Farbstoffe aufgeführt, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt werden können.

	Hal	R	R ¹	R ²
5	Br	CH(CH ₂ CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
	Cl	CH(CH ₂ CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
	Br	CH(CH ₃)C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
10	Cl	CH(CH ₃)C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
	Br	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇
	Cl	nC ₅ H ₁₁	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇
	Br	nC ₅ H ₁₁	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂
15	Br	CH(CH ₂ CH ₃) ₂	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇
	Cl	nC ₄ H ₉	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇
	Br	nC ₄ H ₉	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
20	Cl	nC ₄ H ₉	CH ₂ CH=CH ₂	C ₂ H ₅
	Cl	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇
	Br	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇
	Br	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉
25	Cl	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂
	Cl	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
	Br	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
30	Br	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇
	Cl	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	nC ₄ H ₉
	Cl	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
35	Br	nC ₃ H ₇	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉
	Br	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇
	Cl	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	CH ₂ CH=CH ₂
	Cl	nC ₃ H ₇	nC ₅ H ₁₁	nC ₅ H ₁₁
40	Br	iC ₃ H ₇	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉
	Cl	iC ₃ H ₇	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉
	Cl	iC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	nC ₄ H ₉
45	Br	iC ₃ H ₇	CH ₂ CH=CH ₂	nC ₄ H ₉
	Br	nC ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
	Cl	nC ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇
50	Br	CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅

55

	Hal	R	R ¹	R ²
5	Cl	CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
	Br	(CH ₂) ₆ CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
	Cl	(CH ₂) ₆ CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
10	Br	nC ₃ H ₇	nC ₅ H ₁₁	nC ₅ H ₁₁
	Cl	nC ₃ H ₇	nC ₅ H ₁₁	nC ₅ H ₁₁
	Br	nC ₃ H ₇	nC ₅ H ₁₁	nC ₂ H ₅
	Br	iC ₃ H ₇	nC ₅ H ₁₁	nC ₃ H ₇
15	Br	iC ₃ H ₇	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅
	Cl	nC ₄ H ₉	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅

20

In der nachfolgenden Tabelle sind Farbstoffmischungen aufgeführt, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt werden können.

25

30

35

40

45

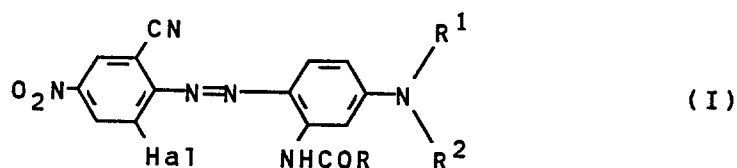
Hal	R	R ¹	R ²	Mischungsverhältnis
Br	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	50
Cl	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	50
Br	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	70
Cl	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	30
Br	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	55
Br	nC ₄ H ₉	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	45
Cl	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	80
Cl	nC ₅ H ₁₁	nC ₃ H ₇	C ₃ H ₇	20
Br	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	60
Br	nC ₄ H ₉	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	40
Cl	nC ₃ H ₇	C ₂ H ₅	nC ₄ H ₉	10
Cl	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	90
Br	nC ₃ H ₇	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉	50
Br	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	50
Cl	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	30
Cl	CH(C ₂ H ₅) ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	70
Cl	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	40
Cl	CH(CH ₃)C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	60
Br	nC ₅ H ₁₁	C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	90
Cl	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	10

Patentansprüche

50

1. 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

55



10 einsetzt,
in der
Hal Chlor oder Brom
R Alkyl mit 3 bis 7 C-Atomen und
R¹ und R² unabhängig voneinander lineares Alkyl mit 2 bis 5 C-Atomen oder Allyl
15 bedeuten.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Farbstoffe der Formel I einsetzt, in der R n-Butyl, i-Butyl, Pentyl-2, Pentyl-3 oder i-Pentyl bedeutet.

20 3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R n-Pentyl bedeutet.

4. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß R¹ und R² unabhängig voneinander Ethyl, n-Propyl, n-Butyl oder Allyl bedeuten.

25 5. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß R¹ und R² gleich sind.

6. Verfahren gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß R¹ und R² Ethyl bedeuten.

30 7. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Summe der C-Atome in den Resten R, R¹ und R² 8 bis 10 beträgt.

8. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbung bei pH 9 bis pH 10 durchführt.

35 9. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Färbung in Gegenwart einer oder mehrerer Puffersubstanzen durchgeführt wird, die in dem jeweils verwendeten pH-Bereich puffern.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 11 7958

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
D,Y	EP-A-0 324 404 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument * ---	1-9	D06P3/82
D,Y	EP-A-0 324 409 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument * ---	1-9	
Y	GB-A-2 226 051 (MITSUBISHI KASEI CORP.) * Zusammenfassung *	1-9	
D	& DE-A-3 938 631 -----		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			D06P C09B
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 16 DEZEMBER 1992	Prüfer DELZANT J-F.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur 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			