

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **81100364.9**

(51) Int. Cl.³: **D 06 M 15/54**
D 06 M 1/06

(22) Anmeldetag: **19.01.81**

(30) Priorität: **25.01.80 US 115264**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
05.08.81 Patentblatt 81/31

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE

(71) Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen(DE)

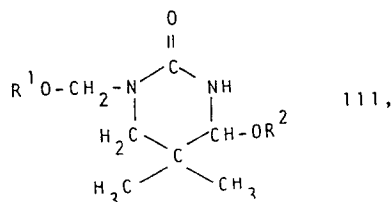
(72) Erfinder: **Petersen, Harro, Dr.**
Kalmitstrasse 23
D-6710 Frankenthal(DE)

(72) Erfinder: **Pai, Panemangalore S.**
4100 Bridgewood Lane
Charlotte N.C. 28211(US)

(72) Erfinder: **Reichert, Manfred**
3232 Johnny Cake Lane
Charlotte N.C. 28210(US)

(54) **Verfahren zum Ausrüsten von Textilgut.**

(57) Verfahren zum Ausrüsten von Textilgut aus Cellulose, das mit flüssigem Ammoniak vorbehandelt worden ist, durch Imprägnieren des Gutes mit einem Ausrüstungsmittel auf Basis eines Aminoplastbildners und Erhitzen für 10 sek bis 6 min auf 110 bis 230°C in Gegenwart eines sauren oder potentiell sauren Katalysators, wobei man als Ausrüstungsmittel einen Stoff der Formel III



einsetzt, in der die Rest R^1 und R^2 unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Propyl oder Methoxyäthyl und R^2 außerdem den Rest einer Äthylen- und/oder Propylenoxidentkette aus 1 bis 20 Monomereinheiten darstellen können.

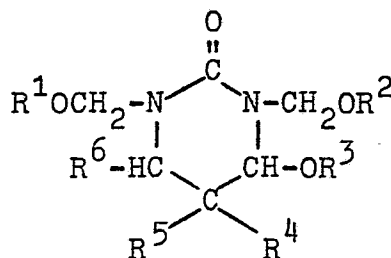
Verfahren zum Ausrüsten von Textilgut

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Ausrüsten von Textilgut aus natürlicher oder regenerierter Cellulose, das mit flüssigem Ammoniak vorbehandelt worden ist, unter Verwendung von N-Monomethylol- oder N-Monoalkoxymethyl-Verbindungen der 4-Hydroxy- oder 4-Alkoxy-5,5-dimethylpropylenharnstoffe als Ausrüstungsmittel.
- Mit "Ausrüsten" ist das Krumpf- und Knitterfest-Ausrüsten - auch "Pflegeleicht-Ausrüsten" genannt - gemeint. Dieses erfolgt mit Aminoplastbildnern, also Stoffen, die am Stickstoff methylolierte Amidgruppen enthalten, wie vor allem methylolierter Harnstoff und dessen Derivate, methyloliertes Melamin und methyloliertes Carbamat. Beim "Härten" oder "Fixieren" reagieren die N-Methylolgruppen unter dem Einfluß von Hitze und Katalysatoren mit den Hydroxylgruppen der Cellulose unter Acetalbildung und Vernetzung. Dabei läßt es sich normalerweise kaum vermeiden, daß die mechanische Festigkeit der Cellulose erheblich sinkt. Z.B. sind Reißfestigkeitsverluste in der Größenordnung von 30 bis 40 % und mehr an der Tagesordnung. Das ist ein schwerwiegender Nachteil der (im Hinblick auf die Krumpf- und Knitterfestigkeit bei den heutigen Ansprüchen unerläßlichen) Textilausrüstung. Er kommt natürlich bei rein cellulosischen Textilien, d.h. bei Geweben und Gewirken, die ausschließlich aus natürlicher oder regenerierter Cellulose, also vor allem ausschließlich aus Baumwolle, Leinen, Reyon oder Zellwolle bestehen, deren Festigkeit sich also nicht auf mitverarbeitete Kunstfasern stützen kann, ganz besonders stark zum Tragen. Hinzu kommt generell, also nicht nur bei rein cellulosischen Textilien, eine mehr oder weniger störende Verhärtung des textilen Griffs durch die Ausrüstung.

BR/sk

Es hat nicht an Versuchen gefehlt, diese Probleme zu lösen.¹
 Beispielsweise sind in der DE-PS 14 69 269 und der
 US-PS 35 02 672 doppelt methylierte cyclische Harnstoffe
 der Formel I

5



I,

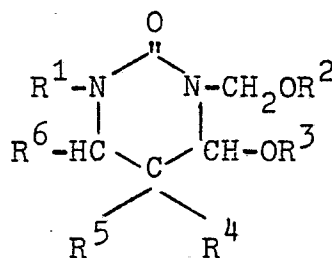
10

in der die Reste R^1 bis R^6 Wasserstoffatome oder nieder-
 molekulare Alkylreste sind, als Textilausrüstungsmittel
 vorgeschlagen worden. Sie haben zwar gewisse Vorteile (z.B.
 im Hinblick auf Hydrolysebeständigkeit, Lichtechtheit von
 Färbungen und Chlorechtheit), vermögen aber die beiden ge-
 nannten Probleme hinsichtlich der mechanischen Festigkeit
 und des Griffs nicht befriedigend zu lösen.

20

Es sind auch schon Ausrüstungsmittel auf der Basis von
 Verbindungen der Formel II

25



II,

30

in der R^1 einen Alkylrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen,
 R^2 , R^3 und R^6 Wasserstoffatome oder niedermolekulare Al-
 kylreste und R^4 und R^5 niedermolekulare Alkylreste be-
 deuten, vorgeschlagen worden (vgl. DE-OS 20 06 516).

35

Sie sind zwar in der Lage, die beiden genannten Probleme

weitgehend zu lösen, doch haben sich die damit erzielbaren Ausrüstungseffekte in der Praxis als unzureichend erwiesen.

- Eine Möglichkeit, die mechanische Festigkeit (neben anderen wichtigen Eigenschaften, wie Glanz und Glätte) von Textilien aus Cellulose zu erhöhen, besteht im Mercerisieren oder Laugieren, d.h. einer Behandlung mit konzentrierter heißer Lauge mit bzw. ohne mechanische Behandlung. Eine neuerdings vor allem in den USA sich immer mehr in die Praxis einführende Variante dieses alten Verfahrens besteht im Ersatz der Lauge durch flüssiges Ammoniak (vgl. z.B. die US-Patentschriften 19 98 551, 34 06 006, 35 60 140 und 10 65 514 sowie die DE-OS 25 23 433; ferner J.Müller, Chemiefasern und Textilindustrie 25 (1975), 5, Seite 449-450 und K.Bredereck, Textilveredelung 13 (1978), 12, Seite 498 bis 506). Das derzeit wichtigste Verfahren auf dieser Basis ist das SANFOR-SET-Verfahren der Sanforized Company, USA. Mit diesen Verfahren läßt sich beispielsweise die Reißfestigkeit cellulosischer Textilien um größenordnungsmäßig 10-15 % verbessern. Das genügt jedoch nicht, um die Reißfestigkeitsverluste in der Größenordnung von 40 % bei der anschließenden Pflegeleichtausrüstung soweit auszugleichen, daß die End-Reißfestigkeit ausreichte.
- Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, ein Ausrüstungsverfahren für mit flüssigem Ammoniak vorbehandelte Textilien aus Cellulose zu entwickeln, das hohe Ausrüstungseffekte (Verbesserung der Krumpf- und Knitterfestigkeit) mit möglichst geringem Einfluß auf den textilen Griff und vor allem auf die Reißfestigkeit verbindet.

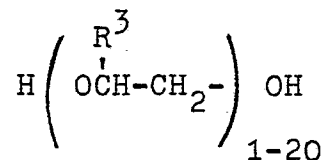
- Diese Aufgabe wird durch das Verfahren nach dem Anspruch weitgehend gelöst: Man erhält ausreichende Niveaus der Glättebilder (nach Monsanto), Trocken- und Naßknittererholungswinkel und niedrige Krumpfwerte, ohne daß dabei

wesentliche Reißfestigkeitsverluste gegenüber der Ware vor der Ammoniakbehandlung entstünden. Die Gesamtheit der Eigenschaften der erfindungsgemäß ausgerüsteten Ware ist günstiger als bei Ausrüstungen nach bekannten Verfahren.

5

Die Stoffe der Formel III des Anspruchs können durch Umsetzung von Harnstoff mit Isobutyraldehyd und Formaldehyd im Molverhältnis 1:1:1 in wäßriger Lösung oder in einem Alkohol der Formel R^2OH und in Gegenwart einer nicht oxydierenden Mineralsäure bei Temperaturen zwischen 30 und 120°C und anschließende weitere alkalische Umsetzung mit 1 Mol Formaldehyd hergestellt werden. Die dabei entstehende Monomethylolverbindung kann mit einem Alkohol R^1OH im sauren Medium veräthert werden. Wie sich aus der Bedeutung von R^2 in Formel III ergibt, kann der Alkohol R^2OH auch ein Glykol der Formel

20



25

mit R^3 gleich Wasserstoff oder Methyl sein. Hierbei wird R^3 = Methyl weniger bevorzugt gegenüber R^3 = Wasserstoff oder eine Mischung von Wasserstoff und Methyl. Insbesondere soll R^3 nicht ausschließlich Methyl darstellen, wenn R^1 Propyl ist, weil dann das gesamte Molekül nicht mehr ausreichend wasserlöslich wäre. Ausreichende Wasserlöslichkeit der Verbindungen der Formel III ist selbstverständlich Voraussetzung für ihre Brauchbarkeit.

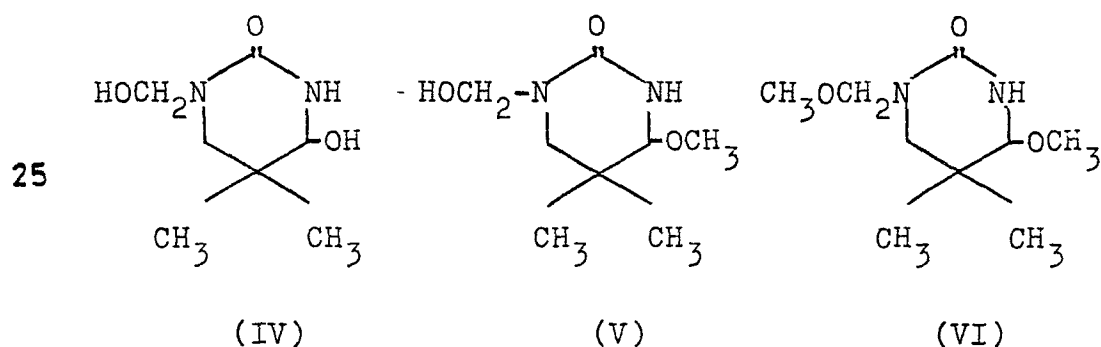
30

Die Synthese verläuft also völlig analog der bekannten Synthese der Stoffe der Formel I, jedoch mit entsprechend weniger Formaldehyd, so daß nur die Monomethylolverbindung entsteht. Bei der Methylolierung mit einem Mol Formaldehyd entsteht, wie die Kernresonanzspektralanalyse zeigt, fast

35

ausschließlich die 1-Monomethylolverbindung, und nur in untergeordneter Menge die 3-Monomethylolverbindung und/oder die 1,3-Dimethylolverbindung neben nicht methylolierter Ausgangsverbindung. Mit "Stoffen der Formel III" ist das tatsächlich vorliegende Reaktionsgemisch mit im Mittel einer Methylolgruppe gemeint. Es entspricht wie gesagt weitgehend, aber nicht 100 %ig der Formel III, doch soll diese Definition auch für den (unwahrscheinlichen) Fall gelten, daß sich die Formel III später als falsch erweisen sollte.

Als Beispiele für so erhältliche Stoffe der Formel III seien genannt: N-Monoethoxymethyl-4-ethoxy-5,5-dimethyl-propylenharnstoff, N-Monomethoxyethoxymethyl-4-methoxyethoxy-5,5-dimethyl-propylenharnstoff und, wegen ihrer leichten Zugänglichkeit bevorzugt, N-Monomethylol-4-hydroxy-5,5-dimethyl-propylenharnstoff (IV), N-Monomethylol-4-methoxy-5,5-dimethyl-propylenharnstoff (V) und N-Monoethoxymethyl-4-methoxy-5,5-dimethyl-propylenharnstoff (VI).



Die Ausrüstungsmittel der Formel III kommen als 40 bis 60 %ige wäßrige Lösungen oder Dispersionen in den Handel und werden zur Anwendung mit Wasser verdünnt. Sie haben sich auf Textilgut aus Cellulose, das mit Ammoniak vorbehandelt worden ist, besonders bewährt. Sie können nach den für die Applikation von N-Methylolverbindungen auf

Textilgut üblichen Verfahren verwendet werden. Es handelt sich dabei um Verfahren, bei denen das auszurüstende Gut mit einer wäßrigen Lösung oder Dispersion des Ausrüstungsmittels und eines sauren oder potentiell sauren Katalysators imprägniert und mit dem Ausrüstungsmittel wie eingangs beschrieben umgesetzt wird, wobei diese Umsetzung (Fixieren, Härten) entweder im nassen Zustand des Textilgutes durchgeführt werden kann oder aber zwischen dem Imprägnieren und der chemischen Umsetzung eine teilweise oder vollständige Trocknung des Textilgutes und gewünscht ebenfalls eine längere Lagerung und/oder eine Verarbeitung zu Kleidungsstücken im imprägnierten, aber noch nicht oder noch nicht vollständig umgesetzten Zustand vorgenommen werden kann.

Die Konzentration des Ausrüstungsbades an Stoffen der Formel III liegt im allgemeinen zwischen 40 und 200 g/l. Vorzugsweise bedient man sich für das Imprägnieren eines Foulards. Das getränkte Gut befreit man in bekannter Weise durch Abquetschen von überschüssiger Imprägnierflüssigkeit. Der Faserauftrag an Stoffen der Formel III soll im Bereich von 50 bis 100, vorzugsweise 60 bis 70 Gew.-%, bezogen auf das auszurüstende Textilgut, liegen.

Man erhitzt das imprägnierte Fasergut zum Fixieren in Gegenwart saurer oder potentiell saurer Katalysatoren auf eine Temperatur von 110 bis 230°C, vorzugsweise auf 120 bis 210°C. Im allgemeinen ist unter diesen Bedingungen die Umsetzung in 10 sec bis 6 min, vorzugsweise in 20 sec bis 2 min beendet.

Saure oder potentiell saure Katalysatoren sind für die Zwecke der Ausrüstung mit N-Methylol- bzw. N-Alkoxymethylverbindungen bekannt und gebräuchlich. Als solche

kommen dort wie für das erfindungsgemäße Verfahren beispielsweise in Betracht: anorganische und organische Säuren, wie Schwefelsäure, Salzsäure, Phosphorsäure, Borsäure, Oxalsäure, und Salze, die sauer reagieren oder die, beispielsweise durch Hydrolyse, während ihrer Verwendung Säuren bilden, z.B. Ammoniumsalze starker Säuren, Magnesiumchlorid, Zinkchlorid und Zinknitrat. Auch Mischungen mehrerer Katalysatoren können oft mit Vorteil verwendet werden. Die Umsetzung der Stoffe der Formel III mit dem Textilgut wird, wie erwähnt, in Gegenwart dieser Katalysatoren durchgeführt. Das kann man bewerkstelligen, indem man vor oder nach dem Imprägnieren des auszurüstenden Gutes mit den neuen Stoffen die Katalysatoren, vorzugsweise in Form wässriger Lösungen, auf dieses aufbringt. Vorzugsweise gibt man aber die Katalysatoren unmittelbar in das die Stoffe der Formel III enthaltende Imprägnierbad. Im allgemeinen haben sich für die Ausrüstung Katalysatorkonzentrationen zwischen 1 und 40 g/l bewährt.

Zusammen mit den erfindungsgemäß einzusetzenden neuen Ausrüstungsmitteln können auch die üblichen Hydrophobier-, Weichmachungs-, Egalisier-, Netz- und Appreturmittel mitverwendet werden. Hydrophobiermittel sind z.B. aluminium- oder zirkonhaltige Paraffin-Wachs-Emulsionen sowie silicohaltige Zubereitungen. Als Weichmachungsmittel seien Oxäthylierungsprodukte von höheren Fettsäuren, Fettalkoholen oder Fettsäureamiden, höhermolekulare Polyglykoläther, höhere Fettsäuren, Fettalkoholsulfonate, N-Stearylharnstoffverbindungen und Stearylamidomethylpyridiniumchlorid genannt. Als Egalisiermittel können beispielsweise wasserlösliche Salze von sauren Estern mehrbasiger Säuren mit Äthylenoxid- oder Propylenoxid-Addukten längerkettiger oxalkylierbarer basischer Grundstoffe verwendet werden. Netzmittel sind beispielsweise Salze der Alkyl-naphthalin-sulfonsäuren, die Alkalisalze des sulfonierten Bernstein-

säuredioctylesters und die Anlagerungsprodukte von Alkylenoxiden an Fettalkohole, Alkylphenole, Fettamine und dergleichen. Als Appreturmittel kommen beispielsweise Celluloseäther oder -ester und Alginat in Betracht, außerdem
5 Lösungen oder Dispersionen synthetischer Polymerisate und Polykondensate, z.B. von Polyäthyl, Polyamiden, oxäthyl-
lierten Polyamiden, Polyvinyläthern, Polyvinylalkohol, Polyacrylsäure oder deren Estern und Amiden sowie von entsprechenden Polymethacrylverbindungen, Polyvinylpropionat,
10 Polyvinylpyrrolidon, von Mischpolymerisaten, z.B. von solchen aus Vinylchlorid und Acrylsäureestern, aus Butadien und Styrol bzw. Acrylnitril oder aus 1,1-Dichloräthyl, β -Chloralkylacrylsäureestern oder Vinyläthyläther und
Acrylsäureamid oder den Amiden der Crotonsäure oder Maleinsäure oder aus N-Methylolmethacrylsäureamid und anderen polymerisierbaren Verbindungen. Diese zusätzlichen
15 Hilfsmittel werden im allgemeinen in Mengen von 0,3 bis 4 %, vorzugsweise 1 bis 2,5 %, bezogen auf das Gewicht des trockenen Textilgutes, angewendet; in besonderen Fällen
20 kann man diese Mengen auch überschreiten.

Das erfindungsgemäße Verfahren ergibt bei einem mit Ammoniak vorbehandelten Textilgut aus Cellulose Ausrüstungen, die eine ausreichende Krumpf- und Knitterfestigkeit bei
25 hoher Chlorbeständigkeit vermitteln, den textilen Griff nicht wesentlich beeinflussen und eine für Gebrauchszwecke ausreichende Hydrolysebeständigkeit bei Reißfestigkeitsverlusten von selten mehr als 20 %, bezogen auf die Reißfestigkeit der mit Ammoniak vorbehandelten Ware, aufweisen.
30 Weitere vorteilhafte Eigenschaften gehen aus den Beispielen hervor.

Die Erfindung wird nachstehend anhand von Beispielen näher erläutert. Die in den Beispielen genannten Teile und Pro-
35 zente beziehen sich, sofern nicht anders vermerkt, auf das Gewicht.

Beispiel 1

Nachstehend genannte wäßrige Lösungen wurden hergestellt unter Verwendung einer Verbindung der Formel III als Aus-
5 rüstungsmittel, wobei R^1 für Wasserstoff und R^2 für eine praktisch äquimolare "Mischung" von Wasserstoff und Methyl steht. Die Verbindung wird wie folgt hergestellt:

10 Eine Mischung aus 1070 Teilen Methanol, 500 Teilen Harnstoff, 625 Teilen einer 40 %igen wäßrigen Formaldehydlösung und 40 Teilen 50 %iger wäßriger Natronlauge wird 1 Std. bei 50°C in einem Rührgefäß gerührt. Der pH-Wert wird mit 75 %iger Schwefelsäure auf 5,0 gestellt und
15 670 Teile Isobutyraldehyd unter Kühlung zugegeben. Darauf wird 30 min bei 50°C gerührt. Unter Kühlung werden dann 300 Teile 75 %ige Schwefelsäure zugegeben und das Ganze bei 80 bis 85°C 8 Std. am Rückfluß gekühlt. Man läßt abkühlen und stellt dann den pH-Wert mit Ätznatron auf 7,0. Von ausgefallenem Natriumsulfat wird abfiltriert und die
20 Lösung bei 60°C im Vakuum eingedampft. Die Ausbeute, 1350 Teile 5,5-Dimethyl-4-methoxypropylenharnstoff, wird mit 625 Teilen 40 %iger Formaldehydlösung und 20 Teilen 50 %iger Natronlauge versetzt. Nach 2stündigem Rühren bei 50°C und einem pH-Wert von ca. 10,5 wird der pH-Wert
25 mit 75 %iger Schwefelsäure auf 7,0 gestellt. Anschließend wird mit 1100 Teilen Wasser eine Lösung mit einem Feststoffgehalt von 50 % hergestellt.

30

35

Tabelle 1

5 10	Versuch Nr.	Ausrüstungs- mittel (48 %ige wäßrige Lösung	Anioni- sches Netz- mittel +	Kataly- sator ++	Konden- sations- tempera- tur [°C]	Konden- sations- zeit [sec]
	1	10 %	0,1 %	1,0 %	180	110
	2	30 %	0,1 %	4,2 %	170	80
	3	15 %	0,1 %	2,7 %	160	110
	4	25 %	0,1 %	4,5 %	150	100

+) p-Octylphenol, ethoxyliert mit 5 bis 6 Mol Ethylenoxid

15 ++) Der Katalysator bestand aus einer 35,5 %igen wäßrigen
Magnesiumnitrathexahydratlösung mit einem Gehalt von
4,6 % Citronensäure, bezogen auf das Gewicht der Lö-
sung.

20 Es wurden 35 x 50 cm große Proben von Sanfor-set Baumwoll-
kattungewebe hergestellt. Die nach Tabelle 1 hergestellten
Lösungen 1 bis 4 wurden auf jeweils 3 Proben pro Bad bei
einer Flottenaufnahme von 65 % bei Raumtemperatur aufge-
klotzt. Anschließend wurde 1 min bei 107°C getrocknet und
25 wie in Tabelle 1 angegeben (Dauer und Temperatur) kondensiert.
Die getrockneten und kondensierten Proben wurden
nach der Standardprüfvorschrift getestet. Die Ergebnisse
sind in Tabelle 2 dargestellt.

30

35

Tabelle 2

Versuch	Trockenknittererholung AATCC-Prüfmethode 66-1975 (Kette und Schuß)	Durable Press-Note nach 5 Haushalts- wäschen AATCC-Prüf- methode 124-1975	Krumpfung (% Kette und Schuß) nach 5 Haushaltswäschen AATCC-Prüfmethode 135-1973	Reiß- festigkeit (Schuß) ASTM D 1682-64 (1975) [kg]
1	241°	3,0	(2,5 x 2,6)	21
2	251°	3,0	(1,2 x 1,9)	19,5
3	259°	3,0	(1,9 x 1,7)	19,5
4	262°	3,5	(1,6 x 1,7)	20
Kontrolle unbehandelt	198°	1,5	(7,5 x 4,5)	25

Das Beispiel zeigt eindeutig, daß eine Ausrüstung mit dem erfindungsgemäßen Vernetzer gute Knittererholung, gute Glättebilder und bessere Krumpfechtheit als die unbehandelte Ware ergibt. Insbesondere wurden bei der bei Temperaturen von 150 bis 180°C durchgeführten Veredelung sehr geringe Reißfestigkeitsverluste festgestellt.

Geprüft wurden außerdem:

1. Formaldehydgeruch am ausgerüsteten Gewebe im verschlossenen Behälter nach der AATCC-Prüfmethode 112-1975.
2. Abriebfestigkeit nach der Accelerotormethode (AATCC-Prüfmethode 93-1974)

Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3

Versuch Nr.	Gehalt an freiem Formaldehyd auf dem Gewebe [ppm]	Accelerotor Abriebverlust [in %]
1	421	3,6
2	1009	5,1
3	724	6,3
4	1301	6,5

Die erfindungsgemäße Ausrüstung ergibt also ein für die Bekleidungsindustrie ausreichend niedriges Formaldehydgeruchsniveau (bei oder unter 1000 ppm) und niedrige Abriebverluste bei verschiedenen Kondensationstemperaturen.

Beispiel 2

Es wird eine Flotte hergestellt aus

- 14,0 % Ausrüstungsmittellösung nach Beispiel 1,
- 0,2 % anionischem Netzmittel nach Beispiel 1,
- 1,9 % Katalysatorlösung nach Beispiel 1 und
- 1,0 % handelsüblicher anionischer Polyethylenemulsion

(25 % Feststoffgehalt),
Rest Wasser.

5 Mit der Flotte wurde Hemdenstoff (100 % Baumwolle, sanfor-
set; Kattun) auf 60 bis 70 % Flottenaufnahme foular-
diert. Anschließend wurde das Gewebe bei 107°C 60 Sekunden
lang im Spannrahmen getrocknet. Das so getrocknete Gewebe
wurde entsprechend Tabelle 4 bei verschiedenen Temperatu-
10 ren 90 Sekunden lang auf dem Spannrahmen kondensiert. Die
Prüfung erfolgte wiederum nach den üblichen AATCC-Prüf-
methoden, insbesondere auf Glättebild, Krumpfung (Kette
und Schuß) und Reißfestigkeitsverluste aufgrund möglicher
Schädigungen durch Chlor. Die Auswertung zeigt Tabelle 4.

15

20

25

30

35

Tabelle 4

Vers. Nr.	Kondensations- temperatur [°C]	Glättebild nach einer Haushalts- wäsche	Krumpfung (%; Kette und Schuß) und 1 Haus- haltswäsche	Schädigung durch Chloraufnahme nach 1 Wäsche mit chlorhaltigem Waschmittel vor dem Sengen Reißfestigkeit Kette [kg]	nach dem Sengen Reißfestigkeit Kette [kg]	Reiße- stige- keit +/- (%)
1	120	2,8	1,5 x 1,5	19,67	19,68	+ 0,05
2	126	3,0	1,5 x 0,95	19,78	19,86	+ 0,41
3	132	3,2	1,3 x 0,95	19,11	19,52	+ 2,13
4	138	3,4	1,0 x 0,65	19,01	18,85	- 0,81
5	144	3,2	1,1 x 1,0	18,13	19,51	+ 7,65
6	150	3,3	1,0 x 0,9	18,36	18,24	- 0,64
7	155	3,3	1,0 x 0,7	18,04	19,44	+ 7,79
8	160	3,5	0,8 x 0,8	18,72	18,78	+ 0,29
9	165	3,9	0,75 x 0,5	18,57	18,28	- 1,56
10	170	3,8	0,65 x 0,45	18,87	18,23	- 3,36
11	176	3,4	0,7 x 0,5	17,84	17,66	- 1,01

Sengprüfung: Das chlorierte Gewebe wird 30 sec bei 185°C gesengt (AATCC-Prüfmethode 92-1974)

Das Ausrüstungsmittel nach Beispiel 1 zeigt sehr wenig oder keine Reißfestigkeitsverluste durch Chlor nach der Wäsche mit chlorhaltigem Waschmittel.

5 Beispiel 3

Das Ausrüstungsmittel nach Beispiel 1 wurde auf Proben eines Bettuchgewebes (50 Teile Baumwolle, 50 Teile Polyester, 109 g/m²) aufgebracht und kondensiert. Auf andere Proben derselben Ware wurde zum Vergleich wäßrige Dimethylol-4,5-dihydroxyethylenharnstofflösung mit 45 % Feststoffgehalt aufgebracht. Es wurden jeweils 12 % Vernetzerlösung zu einer wäßrigen Dispersion der folgenden Zusammensetzung gegeben:

15

2 % handelsübliche anionische Polyethylenemulsion
(25 % Feststoffgehalt),

2 % handelsüblicher, nichtionischer, flüssiger Weichmacher

20

1,7 % Magnesiumnitratkatalysator nach Beispiel 1 und
0,2 % anionisches Netzmittel nach Beispiel 1,
Rest Wasser.

25

Die Flottenaufnahme betrug jeweils 60 %. Die Proben wurden getrocknet und 20, 60 und 120 sec bei 205°C kondensiert.

30

Die kondensierten Proben wurden auf Verfärbung geprüft. Die Prüfung auf Glättebild, Krumpfung (Kette und Schuß), freien Formaldehydgehalt und Chlorschädigung nach den in Beispiel 1 beschriebenen Prüfmethoden erstreckte sich nur auf die 20 sec kondensierten Proben. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 zusammengestellt.

35

Tabelle 5

5	Eigenschaften	Konden- sations- zeit [sec]	12 % Ausrüstungs- mittel (48 %ige wäßrige Lösung)	12% DMDHEH ⁺ Vernetzer (45 %ige Lösung)
	Weißgrad	20 60 120	124,9 106,6 93,4	121,0 100,0 82,3
10	Glättebild nach 5 Haushalts- wäschen	20	4,0	3,9
	Krumpfung (%; Kette + Schuß) nach 5 Wäschen	20	(1,2 x 0,8)	(1,1x0,8)
15	Freier Formalde- hyd (ppm)	20	450	1028
	Sengprüfung	20	keine Verfärbung	keine Ver- färbung
	Chlorfestigkeit		keine Schädigung	keine Schädigung

20

⁺ DMDHEH = Dimethylol-4,5-dihydroxyethylenharnstoff

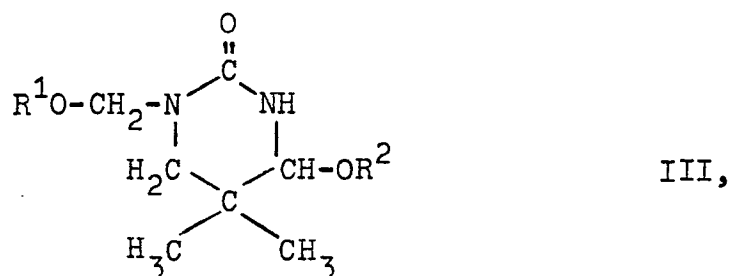
Im Vergleich zum Vernetzter DMDHEH liefert das Ausrüstungs-
mittel nach Beispiel 1 einwandfreie und in mancher Hinsicht
25 ausgezeichnete Ergebnisse.

30

35

Patentanspruch

Verfahren zum Ausrüsten von Textilgut aus Cellulose, das mit flüssigem Ammoniak vorbehandelt worden ist, durch Im-
 5 prägnieren des Gutes mit einem Ausrüstungsmittel auf Basis eines Aminoplastbildners und Erhitzen für 10 sek bis 6 min auf 110 bis 230°C in Gegenwart eines sauren oder potentiell sauren Katalysators, dadurch gekennzeichnet, daß man als Ausrüstungsmittel einen Stoff der Formel III



einsetzt, in der die Reste R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Propyl oder Methoxy-
 20 äthyl und R² außerdem den Rest einer Äthylen- und/oder Propylenoxidskette aus 1 bis 20 Monomereinheiten darstellen können.