

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
04.05.83

⑤① Int. Cl.³: **D 06 M 15/66, C 09 D 3/82,**
C 08 G 77/06

②① Anmeldenummer: **81100613.9**

②② Anmeldetag: **28.01.81**

⑤④ **Polstabilisierendes Textilimprägniermittel, Verfahren zu dessen Herstellung sowie damit ausgerüstete textile Materialien.**

③① Priorität: **09.02.80 DE 3004824**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
30.09.81 Patentblatt 81/39

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
04.05.83 Patentblatt 83/18

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

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
FR-A-1 379 313
FR-A-1 578 772
GB-A-975 302
GB-A-1 135 757
GB-A-2 010 878
US-A-3 077 460
CHEMICAL ABSTRACTS, Band 89, no. 112 730 g,
page 191, Columbus, Ohio, US

⑦③ Patentinhaber: **BAYER AG, Zentralbereich Patente,**
Marken und Lizenzen, D-5090 Leverkusen 1, Bayerwerk
(DE)

⑦② Erfinder: **Steinberger, Helmut, Dr.,**
Winand-Rossi-Strasse 36, D-5090 Leverkusen 1 (DE)
Erfinder: **Moretto, Hans-Heinrich, Dr., Formesstrasse 13,**
D-5000 Koeln 80 (DE)
Erfinder: **Kortmann, Wilfried, Auf dem Dreische 3,**
D-5800 Hagen 5 (DE)
Erfinder: **Pfeiffer, Josef, Maashofstrasse 25,**
D-5090 Leverkusen 3 (DE)

EP 0 036 475 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Polstabilisierendes Textilimprägniermittel, Verfahren zu dessen Herstellung
sowie damit ausgerüstete textile Materialien

Die vorliegende Erfindung betrifft ein polstabilisierendes Textilimprägniermittel sowie ein Verfahren zu dessen Herstellung.

Von modernen Textilmaterialien, die z. B. als Möbelbezugsstoffe oder als textiler Bodenbelag Verwendung finden, erwartet der Verbraucher günstige Eigenschaften im Hinblick auf ihre mechanische Beanspruchbarkeit, also ihre statische und dynamische Belastbarkeit.

Ein besonderes Problem bei Gegenständen aus Polware, das heißt Textilien, die durch Schlingen oder aufgeschnittene Schlingen (Velour) eine bestimmte Struktur der Oberfläche besitzen, ist die Erhaltung dieser Oberflächenstruktur während ihrer Gebrauchsdauer. Die Erfahrung ist weit verbreitet, daß zum Beispiel Teppichböden aus Polware schon nach relativ kurzer Benutzungszeit durch Begehen, schwere aufliegende Gegenstände wie beispielsweise Möbelstücke oder durch Befahren mit Rollstühlen Schädigungen aufweisen, die sich durch eine Veränderung der Oberflächenbeschaffenheit auszeichnen.

Solcherart belastete Teppichböden haben Druckstellen, Rillen und ungleichmäßig liegenden Flor (sog. Gehstraßen).

Möbelbezugsstoffe erleiden gleichartige Veränderungen ihrer Oberflächenbeschaffenheit, vorzugsweise an den am leichtesten zugänglichen und am stärksten belasteten Stellen. Die Folge ist ein ungleichförmiges Aussehen der Textiloberfläche.

Es sind bereits an anderer Stelle Verfahren zur Behandlung von Fasermaterialien wie Fäden, Fasern, Gewebe und Teppich beschrieben worden (z. B. DE-OS 1 594 985), um diesen Rutsicherheit und Widerstandsfähigkeit gegen Trockenschmutz zu verleihen. Bei diesem Verfahren werden kolloidale Suspensionen von Silsesquioxanen aus Einheiten der Formel $\text{RSiO}_{3/2}$ mit einer Teilchengröße von 10 bis 1000 Angström verwendet.

Die dort beschriebenen Silsesquioxansuspensionen sind aber relativ unbeständig und sind in keinem Fall zur polstabilisierenden Ausrüstung geeignet.

Es war daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Mittel zur polstabilisierenden Ausrüstung von Textilien von Chemie- oder Naturfaserstoffen und deren Mischungen bereitzustellen, welches wirksam, dauerhaft und pflegebeständig ist.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß zur Ausrüstung der Textilien wäßrige Methylsilsesquioxandispersionen in Kombination mit kolloidaler Kieselsäure verwendet werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein polstabilisierendes Textilimprägniermittel enthaltend kolloidale Suspensionen von Organosilsesquioxanen und von Kieselsäure mit SiO_2 -Einheiten.

Gegenstand der Erfindung ist ferner ein Verfahren zur Herstellung von solchen stabilen, wäßrigen Methylsilsesquioxan-/Kieselsäuredispersionen. Es ist dadurch gekennzeichnet, daß Silane der allgemeinen Formel $\text{R}-\text{Si}(\text{OR}')_3$, zusammen mit Silanen $\text{Si}(\text{OR}')_4$, worin R ein substituierter oder unsubstituierter Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 7 Kohlenstoffatomen, dessen Substituenten Halogenatome, Amino-, Mercapto- und Epoxygruppen sein können und bis zu 95% der Reste R Methyl sind und R' einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeutet, zu einem Gemisch aus Wasser, einer Puffersubstanz, einem oberflächenaktiven Mittel und gegebenenfalls einem organischen Lösungsmittel unter Bewegung und unter sauren oder basischen Bedingungen zugegeben werden.

Zur Erzielung einer sehr engen Teilchengrößenverteilung und einer geringen durchschnittlichen Teilchengröße von etwa 200 bis 500 Angström ist eine gleichförmige und langsame Zugabe der Silanmenge erforderlich. Die genaue Silanmenge, die zugegeben werden kann, hängt vom Substituenten R ab und davon, ob ein anionisches oder kationisches oberflächenaktives Mittel verwendet wird.

Es entstehen durch die gleichzeitige Hydrolyse der Silane Mischpolymerisate der Silsesquioxane, worin die Einheiten in Blockform oder statistisch verteilt vorliegen können. Die bevorzugte Menge an zugesetztem Silan der allgemeinen Formel $\text{Si}(\text{OR}')_4$ beträgt 2 bis 50 Prozent, bezogen auf die Gesamtmenge der eingesetzten Silane, vorzugsweise 3 bis 20 Prozent (Gew.-%).

Das erfindungsgemäße Mittel ist etwa wie folgt zusammengesetzt:

0,002 bis 7,5 %	oberflächenaktives Mittel
0,05 bis 4 %	Puffersubstanz
5 bis 22 %	Silanmischung
95 bis 71 %	Wasser,

wobei etwa 2 bis 9 Gew.-% Silsesquioxane und ca. 0,1 – 0,4 Gew.-% SiO_2 -Einheiten enthält.

Die genannten oberflächenaktiven Mittel haben die Funktion, die gebildeten Teilchen der kolloidalen Suspensionen zu stabilisieren.

Bevorzugt werden folgende Silane eingesetzt:

Methyltrimethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Methyltriisopropoxysilan, Ethyltrimethoxysilan, Ethyltriethoxysilan, Propyltrimethoxysilan, Isobutyltrimethoxysilan, Isobutyltriethoxysilan, 2-Ethylbutyl-

triethoxysilan, Tetraethoxysilan, 2-Ethylbutoxytriethoxysilan.

Als anionische oberflächenaktive Mittel kommen aliphatische und/oder aromatische Sulfonsäuren in Betracht, beispielsweise Decyl-, Dodecyl-, Cetyl-, Stearyl-, Myristyl- oder Oleylsulfonsäuren oder deren Alkalisalze. Werden kationische oberflächenaktive Mittel verwendet, ist es vorteilhaft, Halogenide und insbesondere Chloride und Bromide zu verwenden. Andere oberflächenaktive Mittel, einschließlich solche von nichtionogener und amphoterer Natur, können in Verbindung mit den oben genannten Mitteln verwendet werden, sofern dieselben weder auf Grund ihrer Natur noch ihrer Menge einen störenden Einfluß auf die Stabilität der kolloidalen Suspension ausüben.

Die oberflächenaktiven Mittel werden in einer Menge von etwa 0,01 bis etwa 15%, bezogen auf die eingesetzte Silanmenge, eingesetzt.

Das Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen kolloidalen Suspensionen kann bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur und 80°C durchgeführt werden; besonders bevorzugt ist der Temperaturbereich zwischen 50 und 70°C.

Für den beanspruchten Anwendungszweck ist der Zusatz eines den pH-Wert steuernden Puffers von besonderer Wichtigkeit.

Die Puffersubstanzen wie z. B. Natriumtetraborat, Ammoniumhydrogencarbonat, Natriumhydrogencarbonat, Kaliumhydrogencarbonat werden in Mengen von 0,05 bis 4 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmischung eingesetzt.

Da bekanntlich das Hydrolyseverhalten von Alkoxysilanen und die Kondensation von Silanolgruppen pH-wertabhängig sind, scheinen durch die erfindungsgemäße Steuerung beider Vorgänge durch puffernde Substanzen besonders günstige Voraussetzungen für die Herstellung polstabilisierender Zusammensetzungen geschaffen zu sein.

Die Ausrüstung ist auf jeder Pol- und Florware aus Chemiefaserstoffen auf organischer und anorganischer Basis und auf Naturfaserstoffen wirksam.

Die Applikation der Ausrüstungsprodukte kann entweder vor, während oder nach der Einfärbung des Textils oder anschließender weiterer Veredelungsschritte erfolgen oder nachträglich nach erfolgter Verarbeitung als Bezugs-, Polster- oder Bodenbelagstextil durch Behandlung in der Flotte, Klotzen oder Aufsprühen.

Eine weitere Methode zum Aufbringen der kolloidalen Dispersionen auf das Fasermaterial besteht darin, diese zusammen mit einem Reinigungsmittel zu verwenden, besonders dann, wenn das zu behandelnde Textil durch Gebrauch oder vorhergegangene Verarbeitungsschritte verschmutzt wurde. Vorzugsweise erfolgt die Ausrüstung bisher noch nicht vom Hersteller ausgerüsteter Ware nach ihrer Naßreinigung durch Aufsprühen der Zubereitung auf die Ware.

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern, ohne sie dadurch einzuschränken.

Beispiel 1

In 1700 g destilliertes Wasser werden 1,7 g Natriumhydrogencarbonat und 8 g eines kationischen Tensids (quaternäres Alkyl/Aryl-Ammoniumchlorid) bei Raumtemperatur gelöst und auf 70°C erwärmt. Nach Erreichen dieser Temperatur werden 300 g Methyltriethoxysilan und 12 g Tetraethoxysilan innerhalb von 4 Stunden zugegeben, wobei die Temperatur des Reaktionsgemisches auf 70°C gehalten wird. Nach beendeter Zugabe wird das entstandene Sol während 3 Stunden bei 70°C gerührt und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt.

Beim erhaltenen Produkt handelt es sich um eine leicht bewegliche, schwach opake Flüssigkeit.

Beispiel 2

In einem 500 Liter fassenden Kessel werden 430 kg Wasser, 2,1 kg Natriumtetraborat und 0,4 kg eines anionischen Tensids (Na-Dodecylsulfonat) vorgelegt und unter Rühren auf 60°C erwärmt. Dann werden innerhalb von 5 Stunden 70 kg Methyltriethoxysilan und 8 kg Tetraethoxysilan zudosiert, wobei die Reaktionstemperatur auf 60°C gehalten wird. Nach abgeschlossener Zudosierung wird 3 Stunden bei gleicher Temperatur nachgerührt und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Sol ist nach anschließender Filtration über ein Haarsieb mit einer lichten Maschenweite von 0,04 mm gebrauchsfertig.

Beispiel 3

Einer Tufting-Ware mit Schnittflor (100% Polyamid) mit einem Polgewicht von 350 g/m² wurde nach dem Färben vor dem Trocknen mit 3% der erfindungsgemäßen Zubereitung des Beispiels 2, bezogen auf das Polgewicht, durch Aufsprühen mit Hilfe einer Einstoff-Sprühanlage ausgerüstet und anschließend bei 120°C während 5 Minuten auf einem Spannrahmen getrocknet. Anschließend wurde die Ware gleichmäßig geschoren und der Rücken mit einem handelsüblichen Latex-Planschaum beschichtet.

Aus diesem Material wurden gemäß den DIN-Vorschriften Muster entnommen (Probe B).
Ebenso wurden Muster aus der Ware entnommen, die nicht mit der erfindungsgemäßen Zubereitung behandelt worden ist (Probe A).

5

10

15

20

	Probe A	Probe B
Poldicke (nicht belastet)	3,7 mm	3,9 mm
Statische Belastungsprüfung DIN 54 316		
Eindrucktiefe (%), bezogen auf Poldicke	20,4	15,9
Oberseitenveränderung Trommelversuch DIN 54 323	3,0	3,3
(Wertungsskala: 1 = sehr gut, 5 = keine)		

Beispiel 4

25

30

Eine Tuftingware mit Schnittflor (100% Polyamid) mit einem Polgewicht von 1200 g/m² wurde nach dem Färben vor dem Trocknen mit 3% der erfindungsgemäßen Zubereitung des Beispiels 1, bezogen auf das Polgewicht, nach dem Ausziehverfahren auf einer Haspelkufe nach dem Färben im letzten Spülbad während 15 Minuten bei 30°C behandelt. Die anschließende Trocknung erfolgte auf einem Spannrahmen während 5 Minuten bei 150°C. Anschließend wurde die Ware gleichmäßig geschoren und der Rücken mit einem handelsüblichen Latex-Planschaum beschichtet.

Aus diesem Material wurden gemäß den DIN-Vorschriften Muster entnommen (Probe B). Ebenso wurden Muster aus der Ware entnommen, die nicht mit der erfindungsgemäßen Zubereitung behandelt worden ist (Probe A).

35

40

45

	Probe A	Probe B
Poldicke	10,57 mm	11,53 mm
Statische Belastungsprüfung DIN 54 316		
Eindrucktiefe, bezogen Poldicke	16,37%	10,00%

Beispiel 5

50

55

Eine Tufting-Ware mit Schnittflor (100% Wolle) mit einem Polgewicht von 850 g wurde nach dem Ausziehverfahren im Garn nach dem Färben im letzten Spülbad mit 4% der erfindungsgemäßen Zubereitung ausgerüstet (15'/30°C). Trocknen 120°C. Anschließend wurde das Garn vertuftet, geschoren und beschichtet.

Probenahme:

60

65

Stücke von 50×30 cm wurden entnommen und einem Begehtest unterzogen, indem in einer Personenaufzugskabine zwei behandelte und zwei nicht behandelte Proben schachbrettartig verlegt wurden. In dem Kabinenraum wird das Material durch die Drehbewegungen der Personen, die den Aufzug benutzen, einer intensiveren Oberflächenbelastung unterzogen als bei schreitenden Begehungen. Die Zahl der Begehungen wird elektronisch gezählt. Nach je 10 000 Begehungen werden die Proben auf den Feldern cyclisch ausgetauscht, um eine gleichmäßige Belastung zu gewährleisten. Nach 30 000 Begehungen werden die Muster entnommen und von 6 verschiedenen Begutachtern visuell beurteilt. Bewertet wird die Oberflächenveränderung der unbehandelten Proben

(A) im Vergleich zu den behandelten Mustern (B).

(Skala: 1 = sehr starke Veränderung
5 = keine starke Veränderung)

5

Material	Probe A	Probe B	
1. Wolle (Polgewicht 850 g/m ²)	2	4	10
2. CO (Polgewicht 450 g/m ²)	3	4	
3. PP (Polgewicht 600 g/m ²)	1	3	15
4. PAC (Polgewicht 700 g/m ²)	2	4	
5. PES (Polgewicht 650 g/m ²)	3	4	
6. PA (Polgewicht 600 g/m ²)	2	4	20

Ausrüstung	Applikationsverfahren	Trocknung	
1. Garn	Ausziehverfahren, nach dem Färben	-/120°C	25
2. Stück	Sprühverfahren, nach dem Färben	5'/150°C	
3. Flocke	Sprühverfahren, Spinnmasse-gefärbtes Material	-/-	30
4. Stück	Sprühverfahren, nach dem Färben	5'/150°C	
5. Stück	Sprühverfahren, nach dem Färben	5'/150°C	35
6. Stück	Sprühverfahren, nach dem Färben	5'/150°C	

Beispiel 6

40

Möbelbezugsstoffe aus CO-Rücken und PAC-Polmaterial (500 g/m² Gesamtgewicht) wurden mit der erfindungsgemäßen Zubereitung des Beispiels 2 wie folgt ausgerüstet:

A	30 g/l	beim kontinuierlichen Färben	45
B	30 g/l	nach dem Färben und Auswaschen, vor dem Trocknen im Klotzverfahren	
C		nicht ausgerüstet	

Probenahme

50

Muster von 30 × 30 cm wurden entnommen und auf einem mit VA-Stahl abgedeckten Labortisch ausgelegt. Die Belastung erfolgte durch ein Stahlgewicht mit einer mit Polytetrafluorethylen beschichteten Auflagefläche. (Auflagedruck: 78,6 g/cm²; Dauer der Belastung: 24 Stunden).

55

Beurteilung

Visuell wird nach Entfernung der Belastung die Wiederholung im Vergleich zu einer unbelasteten Ware beurteilt:

60

65

Probe	A) sofort	B) nach 1 Stunde	C) nach 3 Stunden
A	1	2	3
B	1	3	4
C	1	1	2

(Skala: 1 = sehr starke Veränderung; 5 = keine Veränderung)

Beispiel 7

Eine PA-Tufting-Velour-Ware (450 g/m² Polgewicht) wurde nach dem Färben im Sprühverfahren vor dem Trocknen behandelt:

- a) mit 3 % der erfindungsgemäßen Zubereitung des Beispiels 2
- b) mit 3 % einer Vergleichszubereitung nach DE-OS 1 594 985
- c) keine Behandlung

Anschließend wurde 5 Minuten bei 150°C getrocknet und weiterbehandelt, wie in Beispiel 3 angegeben. Die anschließende Beurteilung erfolgte wie in Beispiel 6 angegeben:

Probe a	Probe b	Probe c
3	1	1

(Skala: 1 = sehr starke Veränderung; 5 = keine Veränderung)

Beispiel 8

Laboranschmutztest in Anlehnung an DIN 54 324 (Stuhlrollenversuch)

Eine PA-Tufting-Velour-Ware (450 g/m² Polgewicht) wurde nach dem Färben im Sprühverfahren vor dem Trocknen behandelt:

- a) mit 3 % der erfindungsgemäßen Zubereitung des Beispiels 2
- b) mit 3 % einer Vergleichszubereitung nach DE-OS 1 594 985
- c) keine Behandlung

Anschließend wurde 5 Minuten bei 150°C getrocknet, gleichmäßig geschoren und der Rücken mit einem handelsüblichen Latex-Planschaum beschichtet.

Aus diesem Material wurden gemäß den DIN-Vorschriften jeweils gleiche Muster entnommen.

Die Muster werden zunächst mit je 10 g eines synthetischen Schmutzes folgender Zusammensetzung angeschmutzt.

- 1932 g Schamotte
- 40 g Eisenoxid, schwarz
- 20 g Eisenoxid, gelb
- 8 g Ruß
- 1000 g Wasser

Die Belastung der Proben erfolgt nach dem Stuhlrollenversuch, der in der DIN-Vorschrift 54 324 ausführlich beschrieben ist, bei einer Rollenbelastung von insgesamt 60 kg und einer Änderung der Rollendrehrichtung nach jeweils 50 Umdrehungen.

Die Beurteilung erfolgte wie in Beispiel 6 angegeben.

Probe	Oberflächen- beurteilung	Anschmutzung
a)	3	4
b)	1	2
c)	1	1

5

10

(Skala: 1 = sehr starke Veränderung; 5 = keine Veränderung)

15

Patentansprüche

1. Polstabilisierendes Textilimprägniermittel enthaltend kolloidale Suspensionen von Organosilsesquioxanen aus Einheiten der Formel $\text{RSiO}_{3/2}$ (R = gegebenenfalls substituierter Alkyl- oder Arylrest mit bis zu 7 C-Atomen) und von Kieselsäure mit SiO_2 -Einheiten.

20

2. Imprägniermittel gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es 2 bis 9 Gew.-% Silsesquioxane und 0,1 bis 0,4 Gew.-% SiO_2 -Einheiten – bezogen auf das gesamte Imprägniermittel – enthält.

3. Imprägniermittel gemäß einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Silsesquioxane Methylsilsesquioxane eingesetzt werden.

25

4. Verfahren zur Herstellung von kolloidalen Suspensionen von Silsesquioxanen und Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß Silane der allgemeinen Formel RSi(OR')_3 zusammen mit Silanen der Formel Si(OR')_4 , worin R die obengenannte Bedeutung besitzt und R' ein Wasserstoffatom oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen bedeutet, unter Bewegung einem Gemisch aus Wasser und anionischen oder kationischen oberflächenaktiven Mitteln unter sauren oder basischen Bedingungen unter Zuhilfenahme pH-Wert regulierender Zusätze zugegeben werden, wobei die Menge der zugefügten Silane 5 bis 22%, bezogen auf das Gesamtgewicht an Silan, Wasser und weiteren Zusätzen beträgt.

30

5. Verwendung von Suspensionen, hergestellt gemäß Anspruch 1 zur Ausrüstung von textilen Materialien.

35

6. Textiles Material, ausgerüstet mit einem Mittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3.

Claims

40

1. Pile-stabilising impregnating agent for textiles which contains colloidal suspensions of organosilsesquioxanes of units of the formula $\text{RSiO}_{3/2}$ (R = an optionally substituted alkyl or aryl radical with up to 7 C atoms) and of silicic acid with SiO_2 units.

2. Impregnating agent according to Claim 1, characterised in that it contains 2 to 9% by weight of silsesquioxanes and 0.1 to 0.4% by weight of SiO_2 units – relative to the total impregnating agent.

45

3. Impregnating agent according to one of Claims 1 or 2, characterised in that methylsilsesquioxanes are employed as the silsesquioxanes.

4. Process for the preparation of colloidal suspensions of silsesquioxanes and silicic acid according to one of Claims 1 to 3, characterised in that silanes of the general formula RSi(OR')_3 , together with silanes of the formula Si(OR')_4 , wherein

50

R has the abovementioned meaning and

R' denotes a hydrogen atom or an alkyl radical with 1 to 4 C atoms,

are added, whilst agitating, to a mixture of water and anionic or cationic surface-active agents under acid or basic conditions and with the aid of additives which regulate the pH value, the amount of silanes added being 5 to 22%, relative to the total weight of silane, water and other additives.

55

5. Use of suspensions prepared according to Claim 1 for providing textile materials with a finish.

6. Textile material provided with a finish of an agent according to one of Claims 1 to 3.

60

Revendications

1. Agent d'imprégnation des textiles stabilisant le poil et contenant des suspensions colloïdales d'organosilsesquioxanes ayant les unités de formule $\text{RSiO}_{3/2}$ (R = radical alcoyle ou aryle

65

éventuellement substitué ayant jusqu'à 7 atomes de carbone) et d'acide silicique ayant les unités de formule SiO_2 .

2. Agent d'imprégnation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il contient 2 à 9% en poids de silsesquioxanes et 0,1 à 0,4% en poids d'unités SiO_2 par rapport à l'agent d'imprégnation total.

5 3. Agent d'imprégnation selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on utilise comme silsesquioxanes des méthylsilsesquioxanes.

10 4. Procédé de fabrication de suspensions colloïdales de silsesquioxanes et d'acide silicique suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on ajoute des silanes de formule générale $\text{RSi}(\text{OR}')_3$ conjointement avec des silanes de formule $\text{Si}(\text{OR}')_4$, où R possède la signification citée plus haut et R' représente un atome d'hydrogène ou un radical alcoyle ayant 1 à 4 atomes de carbone, tout en agitant à un mélange d'eau et d'agents tensioactifs anioniques ou cationiques dans des conditions acides ou basiques avec l'assistance d'additifs régulateurs de la valeur du pH, la quantité des silanes ajoutés s'élevant à 5 – 22% par rapport au poids total de silane, d'eau et d'autres additifs.

15 5. Utilisation des suspensions fabriquées selon la revendication 1 pour l'apprêtage de matériaux textiles.

6. Matériau textile apprêté avec un agent selon une des revendications 1 à 3.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65