

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

**0 249 126
A2**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21)

Anmeldenummer: 87107948.9

(51)

Int. Cl.4: D06M 15/277 , D06M 13/40

(22)

Anmeldetag: 02.06.87

(30)

Priorität: 13.06.86 DE 3620033

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.12.87 Patentblatt 87/51

(84)

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

(71)

Anmelder: BAYER AG
Konzernverwaltung RP Patentabteilung
D-5090 Leverkusen 1 Bayerwerk(DE)

(72)

Erfinder: Kortmann, Wilfried, DI. .
Auf dem Dreische 3
D-5800 Hagen 5(DE)
Erfinder: Von Bonin, Wulf, Dr.
Mendelssohnstrasse 30
D-5090 Leverkusen 1(DE)
Erfinder: Reich, Friedrich, Dr.
Carl-Duisberg-Strasse 321
D-5090 Leverkusen 1(DE)

(54)

Hydrophobe und oleophobe Ausrüstungen.

(57)

Hydrophobierungs-und Oleophobierungsmittel enthalten
A. eine Perfluoralkylgruppe enthaltende Verbindungen und
B. Quaternierungsprodukte basischer Fettsäureamide.

EP 0 249 126 A2

Hydrophobe und oleophobe Ausrüstungen

Gegenstand der Erfindung sind Hydrophobierungs- und Oleophobierungsmittel, die

A. eine Perfluoralkylgruppe enthaltende Verbindungen und

B. Quaternierungsprodukte basischer Fettsäureamide enthalten, Verfahren zur Textilausrüstung mit diesen Mitteln sowie die Verwendung von Quaternierungsprodukten basischer Fettsäureamide als Extender
5 in Verfahren zur Textilausrüstung mit Verbindungen gemäß A.

Als Perfluoralkylgruppen enthaltende Verbindungen A. sind die als Hydrophobierungs- und Oleophobierungsmittel bekannten Verbindungen verwendbar. Bevorzugt handelt es sich um Verbindungen mit einem Perfluoralkylrest mit 2 - 20 Kohlenstoffatomen. Der Perfluoralkylrest kann durch ein Zwischenglied, z. B. Sauerstoff, unterbrochen sein und mit einer reaktiven oder polaren Trägergruppe oder mit der Kette eines
10 Polymers verknüpft sein. Sowohl die Trägergruppe als auch das Polymer dienen dazu, den inerten Fluorkohlenwasserstoff-Rest als Träger der Phobierungsfunktion in eine stabile Zubereitung, z. B. in wäßrigem Medium überführen zu können oder auch um die Haftung und Permanenz der Fluorkohlenwasserstoffgruppierung auf dem Substrat herbeizuführen. Beispiele solcher Perfluorverbindungen sind Perfluorcarbonsäuren oder -sulfonsäuren bzw. deren Salze und Abkömmlinge wie Amide und (Co)Polymerisate aus
15 ungesättigten Verbindungen, die den genannten Perfluoralkylrest enthalten; mit gegebenenfalls fluorfreien Monomeren, z. B. in Form von Polymerdispersionen bzw. -latices. Geeignete ungesättigte Verbindungen mit einem Perfluoralkylrest sind beispielsweise aus der US-P 3 916 053 bekannt.

Bevorzugte Verbindungen sind Acrylat-(Co)Polymere mit einem Fluorgehalt von 20 - 45, insbesondere 35 - 45 Gew.-%. Verbindungen dieser Art werden beispielsweise in den US-Patentschriften 3 356 628, 3
20 329 661, 3 752 783 und 4 296 224 beschrieben.

Da diese Fluorverbindungen teuer sind und oft mit Hilfe anderer, in eine Phobierungsformulierung einzubringender Hilfsmittel auf dem Substrat zusätzlich fixiert werden müssen, werden sie bisweilen in Kombination mit als Extender wirksamen Paraffinfraktionen bzw. Paraffinwachsen und/oder Fettsäureestern und Melamin-, Harnstoffharzen oder sonstigen Harzen zumeist auf Basis von Methylolverbindungen eingesetzt (z. B. Vergl. Chwala/Anger: Handbuch der Textilhilfsmittel, Verlag Chemie-Weinheim - New York
25 -1977, Seite 745 - 747, 771).

Derartige Formulierungen erreichen auch bei herabgesetzten Gehalten an Fluorkomponenten gelegentlich ausreichende bis gute Phobierungseffekte auf verschiedensten Substraten, wobei allerdings, z. B. bei Wolle, relativ hohe Auflagemengen erforderlich sind.

Es ist jedoch wünschenswert, die beabsichtigte Phobierwirkung nicht durch Erhöhung der Auflagemenge, sondern durch Verbesserung der eigenen Phobie des Auflagematerials bzw. der gegebenenfalls in Wechselwirkung mit dem Substrat stehenden Auflage von Phobierungsmaterial zu erzielen. Dieses Ziel kann gemäß dem Stande der Technik erreicht werden, wenn man die Menge des in den Phobierungsformulierungen neben den Fluorverbindungen enthaltenden Extenders vermindert, wodurch jedoch die durch die
35 Mitverwendung von Extendern und sonstigen Hilfsmitteln angestrebten Vorteile verloren gehen.

Mit den quaternierten basischen Fettsäureamiden wurde nun überraschenderweise eine Gruppe von Extendern gefunden, die in Kombination mit der Phobierung dienenden Fluorverbindungen auf verschiedensten Substraten Phobierungen von überraschend hoher Qualität und Permanenz ergeben und darüberhinaus gestatten, die erforderliche Menge an Fluorverbindungen erheblich zu senken.

40 Als quaternierte basische Fettsäureamide werden insbesondere Umsetzungsprodukte von Fettsäuren mit mehr als 8 C-Atomen, Polyaminen und 0,5 bis 5 Äquivalent Epichlorhydrin bezogen auf Aminogruppe im basischen Amid verstanden.

Bevorzugte Fettsäuren sind geradkettige oder verzweigte, gesättigte oder ungesättigte Fettsäuren mit 12 - 22 Kohlenstoffatomen oder deren Gemische, insbesondere solche mit Schmelzpunkten über 30° C.

45 Bevorzugte Polyamine sind Polyalkylenpolyamine und insbesondere Polyethylenpolyamin-Gemische, die bei der Umsetzung von Dihalogenethan mit Ammoniak erhalten werden. Von diesen Gemischen sind wiederum diejenigen zu nennen, die aus Polyethylenpolyaminen mit mindestens 3 Aminogruppen, insbesondere 3 - 7 Aminogruppen, bestehen. Sie werden beispielsweise durch Abdestillieren der Di- und Triaminfraktion aus den vorstehend genannten Umsetzungsprodukten von Dichlorethan und Ammoniak
50 erhalten.

Die basischen Amide werden daraus erhalten durch Umsetzung von 0,75 - 1,5, insbesondere 0,8 - 1,1 Äquivalent Fettsäure pro primäre Aminogruppe des Polyethylenpolyamins.

Quaternierte basische Amide B., die bevorzugt durch Quaternierung in wäßrigem Medium hergestellt werden, werden beispielsweise in der GB-711 404, in den deutschen Offenlegungsschriften 35 15 479 und 35 27 976 beschrieben. Besonders bevorzugte Amide B. sind aus EP-A-0 008 761 und DE-A-35 15 480 bekannt. Aus diesen Veröffentlichungen ist die Verwendung der in wäßrigem Medium mit Epichlorhydrin umgesetzten Amide als Papierleimungsmittel bekannt.

Die erfindungsgemäßen Mittel dienen jedoch insbesondere als Textilausrüstungsmittel. Sie liegen vorzugsweise als wäßrige Dispersionen vor. Das Mengenverhältnis von A : B liegt beispielsweise bei 2 : 1 bis 1 : 10, insbesondere bei 1 : 1 bis 1 : 6, bezogen auf Feststoffgehalt. Bevorzugt enthalten die wäßrigen Dispersionen einen Gesamtfeststoffgehalt von 0,5 - 50, vorzugsweise 5 - 25 Gew.%.
 10 Es handelt sich um stabile Dispersionen, die als solche in den Handel gebracht werden können. Sie können weitere Bestandteile wie andere Textilhilfsmittel, z. B. Kunstharze, enthalten. Bevorzugt sind diese weiteren Bestandteile nichtionisch oder kationisch.

Die wäßrigen Dispersionen können vor der Anwendung auf den Textilmaterialien noch weiter mit Wasser verdünnt werden. Das Verhältnis von wäßriger Dispersion zum Textilmaterial wird so gewählt, daß eine Auflagemenge von 0,5 - 15,0 g, vorzugsweise 0,5 - 5,0 g und insbesondere 0,5 - 1,5 g, Gesamtfeststoff der erfindungsgemäßen Mischung pro kg Textilmaterial erzielt wird.

Überraschend zeigte es sich, daß bereits mit diesen relativ geringen Auflagemengen hervorragende Hydrophobierungs- und Oleophobierungseffekte erzielt werden können.

Mit den erfindungsgemäßen Mischungen können natürliche und synthetische Materialien wie Fasern, Filamente, Garne, Vliese, Gewebe, Gewirke und Gestricke aus insbesondere Cellulose und ihren Derivaten aber auch aus Polyester-, Polyamid- und Polyacrylnitrilmaterialien, Wolle oder Seide erfolgreich ausgerüstet werden.

Die hydrophobierten bzw. oleophobierten textilen Gebilde, etwa Vliese oder insbesondere Gewebe finden z. B. Einsatz zur Herstellung von Regenschirmbespannungen, Zelten, wasserabweisenden Bekleidungen oder Bezügen, Ballonhüllen, Markisen, textilen Bodenbelägen, Verpackungsmaterialien oder Schuhwerk.

Die Ausrüstung erfolgt nach bekannten Verfahren, vorzugsweise nach dem Auszieh- oder Foulard-Verfahren beispielsweise zwischen Raumtemperatur und 40° C, aber auch durch Pflatschen oder Besprühen mit einer nachgeschalteten Temperaturbehandlung bei 80 - 180, vorzugsweise 120 - 150° C.

Von Interesse ist die Beobachtung, daß einerseits die erfindungsgemäßen Textilausrüstungsmittel gegenüber den als Papierleimungsmittel bekannten Komponenten B. keine Vorteile in Bezug auf eine Leimungswirkung bei Papier erbringen, andererseits die als Papierleimungsmittel bekannten Produkte keine ausreichende Textilhydrophobierung bewirken. Dieses Verhalten der erfindungsgemäß zum Einsatz kommenden Mischungen zeigt, daß die bekannte Wirkung der als Papierleimungsmittel eingesetzten quaternierten basischen Fettsäureamide keinen Schluß auf deren Eignung als Komponente der erfindungsgemäßen Phobierungsformulierungen zuläßt, obgleich die Papierleimung einen Effekt darstellt, der vor-
 30 dergründig mit einer Hydrophobierung vergleichbar zu sein scheint.

Die in den folgenden Beispielen angegebenen Teile und Prozente beziehen sich auf das Gewicht, sofern nicht anderes vermerkt ist.

Papierausrüstung

Hier wird gezeigt, daß die Kombination eines quaternierten basischen Fettamides B., das für die Papierleimung gut geeignet ist, mit einem für Zwecke der Textilhydrophobierung gemäß dem Stande der Technik verwendeten polymeren Perfluoralkan-Wirkstoff A. keine Verbesserung der Tintenschwimmzeiten bzw. Cobb-Werte beim Papier herbeiführt. Daher war es nicht zu erwarten, daß diese Kombination auf dem Textilsektor eine ausgezeichnete Hydrophobierung zeigt.

Als Dispersion A. wird ein zur Textilhydrophobierung im Markt verwendetes, in ca. 15 %iger wäßriger Dispersion vorliegendes Perfluoralkangruppen enthaltendes Acrylat-Copolymeres mit einem F-Gehalt von ca. 40 Gew.-% im Feststoff eingesetzt.

Als Dispersion B. wird eine ca. 15 %ige wäßrige Dispersion gemäß EP-A-0 008 761, Leimungsmittel G, verwendet.

Die Dispersionen A. und B. werden nunmehr im Gewichtsverhältnis 1:2 gemischt.

Bei einer Einsatzmenge von 0,46 % bezogen auf Papierstoff werden bei der gemäß EP-A-0 008 761 durchgeführten Papierausrüstung und Leimungsprüfung folgende Tintenschwimmzeiten gemessen:

Dispersion B.: 21 Sek.

Dispersion A. + B.: 16 Sek.

TextilausrüstungProdukte

- 5 Für die folgenden Beispiele zur Darstellung der Verbesserung der Oleo- und Hydrophobierung von Textilien wurden die nachstehend aufgeführten Produkte verwendet:

Quaternierte basische Fettamide:

10

Komponente I: ca. 15 %ige wäßrige Dispersion gemäß EP-A-0 008 761, Leimungsmittel G.

Komponente II: 156 Teile einer hydrierten Fischölfettsäure mit einem Gehalt von ca. 80 % Behensäure, Säurezahl 167, Erstarrungspunkt ca. 67° C, werden mit 56 Teilen eines Mischamins aus ca. 40 % Triäthylentetramin, 30 % Tetraäthylpentamin und 30 % Pentaäthylhexamin bei 175° C unter Abdestillieren des Reaktionswassers zum Amid umgesetzt.

15

Dann werden unter Rühren 1390 Teile Wasser zugesetzt und die Temperatur auf 80° C eingestellt. Nun werden 60 Teile Epichlorhydrin eingerührt. Man läßt 2 Stunden rühren und fügt nach Abkühlung auf 50° C eine Lösung von 1,3 Teilen NaCl in 100 Teilen Wasser hinzu.

Man erhält eine ca. 15 %ige Dispersion.

20

Komponente III: wie Komponente II; als Fettsäure wird jedoch ein Gemisch aus gleichen Teilen technischer Behensäure und technischer Ölsäure verwendet.

Komponente IV: Eine Mischung aus 50 % eines Kondensationsproduktes, hergestellt aus 1 Mol Hexamethylol-melamin-pentamethyläther, 1,5 Mol Behensäure und 0,9 Mol Methyldiäthanolamin bei 130° C wahren 3 Stunden und 50 % Paraffin (Schmelzpunkt 52° C).

25

Perfluoralkylgruppenenthaltendes Phobiermittel:

Komponente V: Ein als 15 %ige wäßrige Dispersion vorliegendes Perfluoralkan-Gruppen enthaltendes Acrylat-Copolymeres mit einem Fluorgehalt von ca. 40 % im Feststoff.

30

Für die Flächenstabilisierung der Textilsubstrate aus Baumwolle und Baumwolle/Synthesefasern bzw. zur Griffgestaltung der PAC-Markisenstoffe werden handelsübliche Kunstharze und entsprechende Katalysatoren mitverwendet.

Kunstharz A: Fixapret CPN (BASF)

35

Kunstharz B: ACRAFIX M (Bayer)

Katalysator: Zinknitrat

Aus diesen Komponenten werden Phobierungsflotten hergestellt, die je nach Textilfaser substrat unterschiedliche Mengen der Komponenten enthalten.

40

Prüfmethoden

Nach einer 24-stündigen Klimatisierung bei 20° C $\pm$ 2° C und 65 % relativer Luftfeuchtigkeit werden die ausgerüsteten Textilmuster den entsprechenden Prüfungen unterzogen.

45

1. Die Beregnungsprüfung erfolgt in Anlehnung an DIN 53 888 mit dem Beregnungsprüfgerät nach Dr. Bundesmann.

Bewertung

50

a) Abperlzeit in Minuten

b) Abperleffekt in Noten 5-1

Note 5 bedeutet höchster Abperleffekt

Note 1 bedeutet geringster Abperleffekt

55

c) Wasseraufnahme W in %

d) Wasserdurchschlag in cm³

2. Die Wasserdichtheitsprüfung erfolgt in Anlehnung an DIN 53 886 (Schoppertest).

3. Der Ölabweistest erfolgt in Anlehnung an ATTCC Test Methode 118-1978.

Bewertung

Die Note für die Ölabweisung entspricht der am höchsten nummerierten Testflüssigkeit, die das Fasermaterial innerhalb 30 Sekunden nicht benetzt:

- 5 Note 1 niedrigster Wert
Note 8 höchster Wert.

Beispiel 1

10

Ein Baumwoll-Gabardinegewebe mit einem m²-Gewicht von ca. 240 g wurde mit folgenden Formulierungen auf dem Foulard ausgerüstet.

		a	b	c	d	
15	Kunstharz A	60	60	60	60	g/l
	Katalysator	4	4	4	4	g/l
	Komponente V	20	20	20	20	g/l
20	Komponente II	-	20	-	-	g/l
	Komponente III	-	-	20	-	g/l
	Komponente IV	-	-	-	10	g/l

- 25 Die Baumwollware wurde in einem Chassis mit den obengenannten Flotten getränkt und zwischen 2 Gummiwalzen (Foulard) abgequetscht. Die Flottenaufnahme danach betrug 70 % bezogen auf das Textilgewicht. Die Muster wurden bei 100° C getrocknet und während 5 Minuten bei 150° C behandelt. Die Prüfung ergab folgende Werte:

		a	b	c	d
30	1a) Abperlzeit (Minuten)	0	10	10	10
	1b) Abperleffekt (Note 5-1)	2	5	5	5
	1c) Wasseraufnahme (%)	38	7	19	12
35	1d) Wasserdurchschlag (cm ³)	20	10	11	13
	3) Ölabweisung (Note 1-8)	1	3	5	3

- 40 Die Auswertung zeigt, daß die Menge der eingesetzten Fluorkomponente V für eine Ausrüstung ohne Extender zu gering ist und keine wasserabweisenden Effekte gibt.

Der Zusatz der Komponenten II, III und IV ergibt bei der Prüfung der Wasserabweisung (a-d) Werte, die dem Standard einer Regenbekleidungs-ausrüstung entsprechen.

- 45 Die erfindungsgemäß beanspruchten Komponenten II und III ergeben diese Steigerung schon bei einem Einsatz, bezogen auf Festsubstanz, von 3 g/l, während die nicht erfindungsgemäße Komponente IV erst bei 10 g/l Einsatzmenge wirksam ist.

Ein gravierender Unterschied liegt auch im Griffausfall des behandelten Textilsubstrates: Komponente IV verbessert den Griff gegenüber einer nur mit Komponente V behandelten Textilware nicht, sondern beeinflußt den Griffcharakter mehr nach der rauheren, härteren Seite.

Die Komponenten II und III bewirken dagegen einen weichen, glatten und fließenden Griff.

- 50 Bekannt ist, daß Extender in Kombination mit Phobierungsmitteln auf Fluorbasis die ölabweisende Wirkung erhöhen (z. B. Ausrüstungsformulierung d). Die Effektsteigerung mit Komponente III stellt jedoch eine Verbesserung dar, die mit bekannten Extendern nicht erreichbar ist.

55

Beispiel 2

Eine gefärbte Polyester/Baumwolle-Popelineware (67 % PES / 33 % Baumwolle) mit einem m² - Gewicht von ca. 160 g wurde mit folgenden Formulierungen auf dem Foulard ausgerüstet:

5

	a	b	c	
Kunstharz A	60	60	60	g/l
Katalysator	4	4	4	g/l
10 Komponente V	20	20	20	g/l
Komponente II	-	-	20	g/l
Komponente IV	-	10	-	g/l

15

Die Flottenaufnahme betrug 65 %, die nachfolgende Behandlung erfolgte wie bei Beispiel 1 beschrieben.

Die Prüfung ergab folgende Werte:

	a	b	c
20 1a) Abperlzeit (Minuten)	10	10	10
1b) Abperleffekt (Note 5-1)	5	5	5
1c) Wasseraufnahme (%)	17	12	3
25 1d) Wasserdurchschlag (cm ³)	2	4	2
3) Ölabweisung (Note 1-8)	1	3	3

30

Die ausgerüsteten Muster wurden danach 5 mal bei 40° C auf einer Miele-Waschmaschine Typ W 763 mit dem Pflegeleichtprogramm unter Zusatz eines haushaltsüblichen Waschmittels gewaschen und bei 80° C in einem Miele-Haushaltstrockner getrocknet.

Die Prüfung ergab folgende Werte:

	a	b	c
35 1a) Abperlzeit (Minuten)	0	3	10
1b) Abperleffekt (Note 5-1)	2	2	5
1c) Wasseraufnahme (%)	32	24	12
40 1d) Wasserdurchschlag (cm ³)	15	15	0
3) Ölabweisung (Note 1-8)	1	1	2

45

Die erfindungsgemäß beanspruchte Komponente II verbessert die Waschbeständigkeit von Fluoraustrüstungen dergestalt, daß selbst nach 5 Maschinenwäschen ein vollständiger Erhalt der Phobierwerte gegeben ist, während die Ausrüstungen ohne Extender bzw. mit der Komponente IV deutlich abfallen bzw. nicht mehr vorhanden sind.

50

55

Beispiel 3

Die in Beispiel 2 beschriebene Textilware wurde nach dem gleichen Verfahren und der gleichen Behandlung mit folgenden Flotten ausgerüstet.

5

	a	b	c	d	
Kunstharz A	60	60	60	60	g/l
Katalysator	4	4	4	4	g/l
Komponente V	30	30	30	30	g/l
Komponente I	-	-	-	20	g/l
Komponente IV	-	10	20	-	g/l

15

Prüfungswerte:

Die Berechnungsprüfung zeigte bei den 4 Ausrüstungen sehr gute Abperlwerte während der 10-minütigen Berechnungszeit.

20

Die Berechnungszeit wurde jetzt weiter geführt und der Zeitpunkt festgestellt, bei dem die Oberfläche des Textils vollständig angenetzt war. Die Prüfungen des nach Rezeptur d ausgerüsteten Textilmusters wurde nach 30 Stunden abgebrochen, nachdem die Muster mit der erfindungsgemäßen Komponente I keinerlei Netzstellen zeigte und mit der höchsten Note 5 abperlte. Die Bestimmung der Abperlnote erfolgte zum gleichen Zeitpunkt.

25

30

35

40

	a	b	c	d
1a) Abperlzeit (Stunden)	0,5	1	1,5	30
1b) Abperlnote	2	2	2	5

45

50

55

Beispiel 4

Die in Beispiel 2 und 3 beschriebene Textilware wurde nach dem gleichen Verfahren und der gleichen Behandlung mit folgenden Flotten ausgerüstet:

5		a	b	c	d	e	f	g
	Kunstharz A	60	60	60	60	60	60	g/l
	Katalysator	4	4	4	4	4	4	g/l
10	Komponente V	8	12	16	8	12	8	12 g/l
	Komponente II	-	-	-	-	-	20	20 g/l
	Komponente IV	-	-	-	10	10	-	- g/l

15		a	b	c	d	e	f	g
20	1a) Abperlzeit (Minuten)	0	0	10	0	10	10	10
	1b) Abperleffekt (Note 5-1)	1	2	5	2	4	5	5
	1c) Wasseraufnahme (%)	29	18	13	17	7	7	4
	1d) Wasserdurchschlag (cm ³)	6	4	0	3	1	0	0
25	3) Ölabweisung (Note 1-8)	0	1	2	1	1	1	1

Bei Mitverwendung der erfindungsgemäß beanspruchten Komponente II in der Ausrüstungsflotte werden schon op timale Hydrophobierwerte mit der Hälfte der normalerweise einzusetzenden Fluormenge erreicht. Der Einsatz der Komponente IV zu dem Ausrüstungsbad erfordert noch 75 % der Fluormenge.

Beispiel 5

Das zur Ausrüstung vorliegende Material ist ein Polyacryl-Markisenstoff: 290 g/m², spinndüsengefärbt, unter dem Markennamen DRALON (Bayer AG) gehandelt. Die Ausrüstung wird foulardmäßig appliziert. Die Flottenaufnahme beträgt 75 % vom Warengewicht. Nach einer Trocknung bei 100° C wird der Markisenstoff während 4 Minuten bei 150° C behandelt.

40		a	b	c
	Komponente V	15	15	15 g/l
	Komponente I	-	20	- g/l
45	Komponente IV	-	-	10 g/l

50		a	b	c
	1a) Abperlzeit (Minuten)	0	10	8
	1b) Abperleffekt (Note 5-1)	1	5	3
	1c) Wasseraufnahme (%)	28	7	14
	1d) Schopperwert (mm-Wassersäule)	370	440	400
55	3) Ölabweisung (Note 1-8)	4	5	4

Auch hier ist deutlich die Verbesserung der Berechnungs- und Wasserdichtheitswerte mit dem Einsatz der Komponente I festzustellen. Der Einsatz der Komponente IV mit der 3fachen Menge Festsubstanz erreicht die Prüfungswerte nicht. Die Ölabweisung wird in keinem Fall verschlechtert.

5

Beispiel 6

Ein Polyamid-Taftgewebe für Regenschirmbespannung (m^2 -Gewicht: 70 g) wird mit folgenden Flottenformulierungen auf dem Foulard ausgerüstet:

10

	a	b	c	d
Komponente V	10	10	10	10
Komponente I	-	10	-	-
Komponente IV	-	-	3	10

15

Die Naßgewichtszunahme beträgt ca. 62 %. Nach einer Trocknung von 10 Minuten bei 100° C im Trockenschrank wird die Polyamidware während 5 Minuten bei 150° C behandelt.

20

	a	b	c	d
1a) Abperlzeit (Minuten)	8	10	0	10
1b) Abperleffekt (Note 5-1)	3	5	3	5
1c) Wasseraufnahme (%)	13	4	12	16
1d) Wasserdurchschlag (cm^3)	40	10	50	40
3) Ölabweisung (Note 1-8)	6	6	6	6

25

Die Beimischung der Komponente I zu der Fluorkomponente V ergibt optimale Berechnungswerte, wobei die Wasserdurchschlagsmenge deutlich reduziert wird. Die Kombination mit der Komponente IV zeigt bei Einsatz von 3 g/l Festsubstanz (gegenüber der Komponente I mit 1,5 g/l Festsubstanz) eine deutliche Verschlechterung der Berechnungswerte, die erst durch Anhebung der Einsatzmenge auf 10 g/l ausgeglichen wird. Die Ölabweisung wird durch die Komponente I nicht verändert.

30

Beispiel 7

Woll- und wollhaltige Textilien benötigen zur praxisgerechten Hydro- und Oleophobierung gegenüber reinen Synthesefasermaterialien extrem hohe Mengen fluorhaltiger Produkte.

40

An folgendem Beispiel soll aufgezeigt werden, daß auch hier die erfindungsgemäß beanspruchten Formulierungen gute Wirkungen zeigen.

Ein Polyester-Wollmischgewebe (45 % Wolle und 55 % Polyester, Gewicht: 311 g/m²) wird foulardmäßig wie folgt ausgerüstet:

45

	a	b	c	
Komponente V	50	50	50	g/l
Komponente II	-	25	-	g/l
Komponente IV	-	-	15	g/l

50

Die Flottenaufnahme betrug 75 %. Nach einer Trocknung bei 100° C werden die Gewebe 3 Minuten bei 140° C behandelt.

55

	a	b	c
1a) Abperlzeit (Minuten)	0	10	3
1b) Abperleffekt (Note 5-1)	1	5	2
1c) Wasseraufnahme (%)	26	13	20
1d) Wasserdurchschlag (cm ³)	17	15	17
3) Ölabweisung (Note 8-1)	5	5	5

Während mit der Fluorkomponente V keine Hydrophobwerte erzielt werden, erreicht die Beimischung der erfindungsgemäß beanspruchten Komponente II optimale Berechnungswerte. Durch die Komponente IV wird nur eine geringfügige Verbesserung gegenüber der nur mit Komponente V ausgerüsteten Textilware erzielt.

Beispiel 8

Ein Wollgewebe mit einem Gewicht von 288 g/m² wird im Ausziehverfahren mit folgenden Formulierungen ausgerüstet:

	a	b	c	
Komponente V	2	2	2	% vom Warengewicht
Komponente I	-	2	-	" "
Komponente IV	-	-	2	" "

Das Flottenverhältnis (Warengewicht zu Flottenmenge) beträgt 1 : 30. Die Flotten werden mit 60 %iger Essigsäure auf einen pH-Wert von 6 eingestellt.

Die Behandlung wird zuerst bei 18° C während 20 Minuten durchgeführt. Dann wird die Flottentemperatur auf 40° C erhöht und nochmals 20 Minuten behandelt. Während des gesamten Zeitraums wird die Ware in der Flotte gleichmäßig bewegt. Danach werden die Wollmuster in einer Entwässerungszentrifuge auf einen Restfeuchtigkeitsgehalt von 30 % abgeschleudert, bei 100° C getrocknet und 3 Minuten bei 140° C nacherhitzt.

	a	b	c
1a) Abperlzeit (Minuten)	0	10	0
1b) Abperleffekt (Note 5-1)	1	4	1
1c) Wasseraufnahme (%)	39	20	38
1d) Wasserdurchschlag (cm ³)	1	4	1
3) Ölabweisung (Note 8-1)	5	6	4

Komponente V und die Mischung V mit IV ergeben keinerlei Hydrophobierungswirkung. Erst der Einsatz von Komponente I mit Komponente V zeigen sehr gute wasserabweisende Effekte in der Berechnungsprüfung. Die Ölabweisung wird um eine bzw. 2 Noten gegenüber Rezeptur a bzw. c erhöht.

Ausgezeichnete Ergebnisse werden in den genannten Tests auch dann erhalten, wenn anstelle der Komponente I eine Verbindung eingesetzt wird, die durch Umsetzung mit 72 Teilen Epichlorhydrin (statt 36 Teilen) erhalten wurde, und/oder anstelle der Komponente V folgende Fluoralkylverbindungen eingesetzt werden:

- US-P 3 356 628, Beispiele 1A und 1B,
- US-P 3 329 661, Beispiele 2A, 2B, 6A und 6B,
- US-P 3 752 783, Beispiele 1a, 2a, 3a, 4a und 10a,
- US-P 4 296 224, Beispiele 1 - 9.

Ansprüche

1. Hydrophobierungs-und Oleophobierungsmittel, die
A. eine Perfluoralkylgruppe enthaltende Verbindung und
5 B. Quaternierungsprodukte basischer Fettsäureamide
enthalten.
2. Mittel nach Anspruch 1, die als Komponente A. Verbindungen mit einer Perfluoralkylgruppe mit 2-20
Kohlenstoffatomen, die durch Sauerstoff unterbrochen sein kann, und mit einer reaktiven oder polaren
Trägergruppe oder mit der Kette eines Polymers verbunden ist, enthalten.
- 10 3. Mittel nach Anspruch 1, die als Komponente A. Acrylat-(Co)Polymere mit einem Fluorgehalt von 20-
45 Gew.-% enthalten.
4. Mittel nach Anspruch 1, die als Komponente B. Umsetzungsprodukte aus Fettsäuren mit mehr als 8
C-Atomen, Polyaminen und 0,5 bis 5 Äquivalent Epichlorhydrin bezogen auf Aminogruppen im basischen
Fettsäureamid enthalten.
- 15 5. Mittel nach Anspruch 4, die als Komponente B. Umsetzungsprodukte aus gesättigten oder un-
gesättigten Fettsäuren mit 12-22 Kohlenstoffatomen, Polyalkylenpolyaminen und 0,5 bis 5 Äquivalent
Epichlorhydrin enthalten.
6. Mittel nach Anspruch 5, die als Komponente B. Umsetzungsprodukte enthalten, deren
Polyalkylenpolyamin-Komponente ein Polyethylenpolyamin-Gemisch darstellt, das bei der Umsetzung von
20 Dichlorethan mit Ammoniak und der Abtrennung des Di-und gegebenenfalls Triamin-Anteils erhalten wird.
7. Mittel nach Anspruch 5, die als Komponente B Epichlorhydrin-Umsetzungsprodukte enthalten, die
durch Quaternierung mit Epichlorhydrin in wäßrigem Medium erhalten werden.
8. Verfahren zur Ausrüstung von Textilien, dadurch gekennzeichnet, daß man Mittel der Ansprüche 1-7
verwendet.
- 25 9. Verfahren zur Ausrüstung von Textilien, dadurch gekennzeichnet, daß man als Extender die
Komponente B. der Ansprüche 1-7 verwendet.
10. Textile Gebilde, ausgerüstet mit Mitteln der Ansprüche 1-7.

30

35

40

45

50

55