

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑲ Anmeldenummer: **88114668.2**

⑤① Int. Cl.4: **D06M 15/643**

⑳ Anmeldetag: **08.09.88**

③① Priorität: **10.09.87 DE 3730413**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.03.89 Patentblatt 89/11

⑥④ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI NL

⑦① Anmelder: **WACKER-CHEMIE GMBH**
Prinzregentenstrasse 22
D-8000 München 22(DE)

⑦② Erfinder: **Huhn, Karl, Dr. Dipl.-Chem.**
Schopenhauerweg 9
D-8263 Burghausen(DE)

⑤④ **Verfahren zur Imprägnierung von organischen Fasern.**

⑤⑦ Organische Fasern werden mit Organopolysiloxan (1), das zusätzlich zu Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden SiC-gebundenen, organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind, mindestens zwei einwertige SiC-gebundene Reste mit basischen Stickstoff enthält, imprägniert, wobei mindestens ein Teil der SiC-gebundenen Reste mit basischem Stickstoff aus SiC-gebundenen N-Cyclohexylaminoalkyl-Resten besteht. Die SiC-gebundenen N-Cyclohexylaminoalkyl-Reste liegen in Monoorganosiloxan- und/oder Diorganosiloxan- und/oder Triorganosiloxaneinheiten vor. Bevorzugt als SiC-gebundener N-Cyclohexylaminoalkyl-Rest ist der SiC-gebundene N-Cyclohexyl-3-aminopropyl-Rest.

Das Organopolysiloxan (1) enthält gegebenenfalls direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen. Organopolysiloxan (1), das direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen enthält, kann zusammen mit Organopolysiloxan (2a), das mindestens 3 Si-gebundene Wasserstoffatome je Molekül aufweist, oder zusammen mit Trialkoxy- oder Tetraalkoxysilanen (2b) und gegebenenfalls zusammen mit Katalysator (3) für die Kondensation von direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen eingesetzt werden.

EP 0 306 935 A2

Verfahren zur Imprägnierung von organischen Fasern

Aus US 4 098 701, ausgegeben 4. Juli 1978, P. M. Burrill et al., Dow Corning Limited und DE-OS 35 03 457, offengelegt 7. August 1986, K. Huhn et al., Wacker Chemie GmbH (entsprechende US Ser. No. 807007) ist es bereits bekannt, organische Fasern mit direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen aufweisenden Organopolysiloxan, das zusätzlich zu Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden SiC-gebundenen, organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind, mindestens zwei einwertige SiC-gebundene Reste mit basischen Stickstoff enthält, Organopolysiloxan mit mindestens drei Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und Katalysator für die Kondensation von direkt an Silicium gebundenen, kondensationsfähigen Gruppen zu imprägnieren.

Es ist Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Imprägnierung von organischen Fasern bereitzustellen, das den Fasern angenehmen Griff verleiht, und bei dem die Vergilbung der organischen Fasern besonders gering ist.

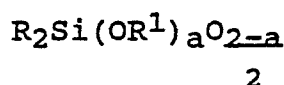
Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Imprägnierung von organischen Fasern mit Organopolysiloxan (1) das zusätzlich zu Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden SiC-gebundenen, organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind, mindestens zwei einwertige SiC-gebundene Reste mit basischem Stickstoff enthält, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Teil der SiC-gebundenen Reste mit basischem Stickstoff aus SiC-gebundenen N-Cyclohexylaminoalkyl-Resten besteht.

In US 4 089 701 sowie in der DE-OS 35 03 457 (entsprechend US Ser. No. 807007) sind als SiC-gebundene Reste mit basischem Stickstoff N-Alkylaminoalkyl-Reste, bzw. N-(Aminoalkyl)aminoalkyl-Reste, aber keine N-Cycloalkylaminoalkyl-Reste genannt.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können alle organischen Fasern in Form von Fäden, Garnen, Vliesen, Matten, Strängen, gewebten, gewirkten oder gestrickten Textilien imprägniert werden, die auch bisher mit Organosiliciumverbindungen imprägniert werden konnten. Beispiele für Fasern, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren imprägniert werden können, sind somit solche aus Keratin, insbesondere Wolle, Polyvinylalkohol, Mischpolymere von Vinylacetat, Baumwolle, Rayon, Hanf, natürliche Seide, Polypropylen, Polyethylen, Polyester, Polyurethan, Polyamid, Cellulose und Gemische aus mindestens zwei solcher Fasern. Wie aus der vorstehenden Aufzählung ersichtlich, können die Fasern natürlicher oder synthetischer Herkunft sein. Die Textilien können in Form von Stoffbahnen oder Kleidungsstücken bzw. Teilen von Kleidungsstücken vorliegen.

Bei Keratin, insbesondere Wolle, kann durch Imprägnierung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, vor allem, wenn das Keratin mit Chlor vorbehandelt, gespült und neutralisiert wurde, das Schrumpfen durch Verfilzen verhindert werden.

Im Organopolysiloxan (1), das gegebenenfalls direkt am Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen enthält, sind die Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden SiC-gebundenen, organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind, vorzugsweise solche, die durch die Formel



wiedergegeben werden können, wobei R gleiche oder verschiedene, einwertige Kohlenwasserstoffreste, R¹ Wasserstoff oder aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatom(en) sowie gegebenenfalls einem Ethersauerstoffatom aufgebaute, von Mehrfachbindungen freie Reste mit 1 bis 15 Kohlenstoffatom(en) je Rest bedeutet und a 0 oder 1 ist.

Vorzugsweise enthalten die Reste R 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) je Rest. Beispiele für Reste R sind Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl- und Isopropylrest sowie Butyl-, Octyl-, Tetradecyl- und Octadecylreste; aliphatische Kohlenwasserstoffreste mit mindestens einer Doppelbindung, wie der Vinyl-, Allyl- und Butadienylrest; cycloaliphatische Kohlenwasserstoffreste, wie der Cyclohexylrest; aromatische Kohlenwasserstoffreste, wie der Phenylrest und Naphthylreste; Alkarylreste, wie Tolyreste; und Aralkylreste, wie der Benzylrest. Insbesondere wegen der leichteren Zugänglichkeit sind vorzugsweise mindestens 80 % der Anzahl der SiC-gebundenen Kohlenwasserstoffreste im Organopolysiloxan (1) Methylreste.

Die Beispiele für Kohlenwasserstoffreste R, soweit sie von Mehrfachbindungen freie Kohlenwasserstoffreste mit höchstens 15 Kohlenstoffatomen je Rest darstellen, gelten im vollen Umfang auch für die Kohlenwasserstoffreste R¹, wobei die Methyl-, Ethyl- und Isopropylreste bevorzugt sind. Ein bevorzugtes

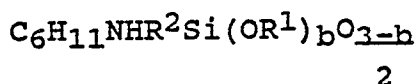
Beispiel für einen aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen sowie einem Ethersauerstoff aufgebauten Rest R^1 ist der Rest der Formel.



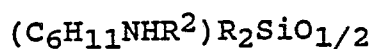
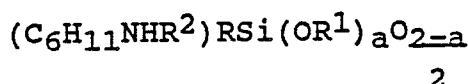
5

Vorzugsweise enthalten die Organopolysiloxane (1) mindestens 100 Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden SiC-gebundenen, organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind, je Molekül.

Im Organopolysiloxan (1), das gegebenenfalls direkt an Silicium gebundene kondensationsfähige Gruppen enthält, liegen die SiC-gebunden N-Cyclohexylaminoalkyl-Reste in Monoorganosiloxan- und/oder
10 Diorganosiloxan- und/oder Triorganosiloxaneinheiten vor, die vorzugsweise durch die Formeln



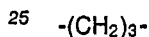
15



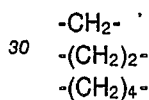
20

wiedergegeben werden können, wobei R, R^1 und a die oben dafür angegebene Bedeutung haben, R^2 gleiche oder verschiedene, zweiwertige Kohlenwasserstoffreste bedeutet und b 0, 1 oder 2 ist.

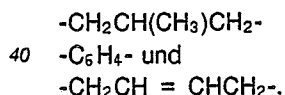
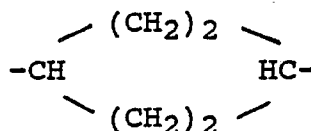
Insbesondere wegen der leichteren Zugänglichkeit ist als Rest R^2 derjenige der Formel



besonders bevorzugt. Weitere Beispiele für Reste R^2 sind solche der Formel



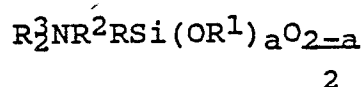
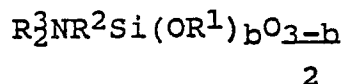
35



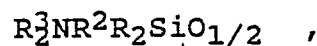
Besonders bevorzugt als SiC-gebundener N-Cyclohexylaminoalkyl-Rest ist der SiC-gebundene N-Cyclohexyl-3-aminopropyl-Rest.

45 Im Organopolysiloxan (1), das gegebenenfalls direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen enthält, sind weitere Monoorganosiloxan- und/oder Diorganosiloxan- und/oder Triorganosiloxaneinheiten, die einen SiC-gebundenen Rest mit basischem Stickstoff aufweisen, nicht ausgeschlossen. Vorzugsweise sind es solche der Formel

50



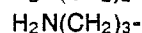
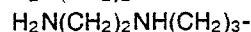
55



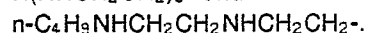
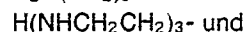
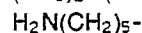
wobei R, R¹, R², a und b die oben dafür angegebene Bedeutung haben und R³ Wasserstoff oder gleiche oder verschiedene Alkyl- oder Aminoalkyl- bzw. Iminoalkylreste bedeutet.

Beispiele für Alkylreste R³ sind der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl- und Isopropylrest sowie Butyl-, Octyl-, Tetradecyl- und Octadecylreste.

5 Beispiele für Aminoalkylreste R³ sind solche der Formel



10 $(\text{CH}_3)_2\text{N}(\text{CH}_2)-$



15 Vorzugsweise beträgt die Anzahl der Siloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen Rest mit basischem Stickstoff 0,4 % bis 6 % der Anzahl der Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden SiC-gebundenen, organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind.

Es kann eine Art von Organopolysiloxan (1) eingesetzt werden. Es kann aber auch ein Gemisch aus mindestens zwei verschiedenen Arten von Organopolysiloxan (1) eingesetzt werden.

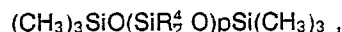
20 Das Organopolysiloxan (1) oder ein Gemisch aus mindestens zwei verschiedenen Arten von Organopolysiloxan (1) hat eine durchschnittliche Viskosität von vorzugsweise 100 bis 10 000 mPa.s bei 25 °C, besonders bevorzugt 1000 bis 5000 mPa.s bei 25 °C.

Enthält das Organopolysiloxan (1) direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen, so kann es zusammen mit (2a) Organopolysiloxan, das mindestens 3 Si-gebundene Wasserstoffatome je Molekül aufweist, und (3) gegebenenfalls einem Katalysator für die Kondensation von direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen eingesetzt werden. Ebenso kann solches Organopolysiloxan zusammen mit (2b) Trialkoxy- oder Tetraalkoxysilan und (3) gegebenenfalls Katalysator für die Kondensation von direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen eingesetzt werden.

25 Die Herstellung der Organopolysiloxane (1) kann in beliebiger für die Herstellung von Organopolysiloxanen, die einwertige SiC-gebundene Reste mit basischem Stickstoff enthalten, an sich bekannter Weise erfolgen.

Im Organopolysiloxan (2a) mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül, das in Verbindung mit direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen aufweisendem Organopolysiloxan (1) bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt werden kann, sind die anders als durch 35 Wasserstoff- und Siloxansauerstoffatome abgesättigten Siliciumvalenzen vorzugsweise durch Methyl-, Ethyl- oder Phenylreste oder ein Gemisch aus mindestens zwei solcher Kohlenwasserstoffreste abgesättigt. Weiterhin ist bevorzugt, daß an jedes Siliciumatom, an das ein Wasserstoffatom gebunden ist, auch einer der vorstehend genannten bevorzugten Kohlenwasserstoffreste gebunden ist.

Besonders bevorzugt als Organopolysiloxane (2a) mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen 40 je Molekül sind solche der Formel

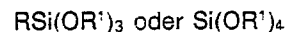


45 worin R⁴ Wasserstoff oder den Methyl-, Ethyl- oder Phenylrest und p eine ganze Zahl im Wert von 10 bis 500 bedeutet, mit der Maßgabe, daß an ein Siliciumatom höchstens ein Wasserstoffatom gebunden ist und daß das Verhältnis von R⁴ SiO-Einheiten, in denen beide R⁴ Kohlenwasserstoffreste sind, zu den Einheiten mit Si-gebundenem Wasserstoff 3 : 1 bis 1 : 4 ist. Vorzugsweise bedeutet auch R⁴ einen Methylrest, wenn es nicht Wasserstoff ist.

Auch als Organopolysiloxane (2a) mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül 50 können gleiche oder verschiedene Moleküle dieser Organopolysiloxanart eingesetzt werden.

Vorzugsweise wird das Organopolysiloxan (2a) in Mengen von 0,01 bis 0,20 Gewichtsteilen Si-gebundenen Wasserstoffs je 100 Gewichtsteile Organopolysiloxan (1) eingesetzt.

Als Trialkoxy- oder Tetraalkoxysilane (2b), die in Verbindung mit direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen aufweisendem Organopolysiloxan (1) bei dem erfindungsgemäßen Verfahren 55 eingesetzt werden können, werden vorzugsweise solche der Formel



oder Teilhydrolysate von Trialkoxy- oder Tetraalkoxysilanen mit bis zu 10 Siliciumatomen je Teilhydrolysat eingesetzt, wobei R und R' die oben dafür angegebene Bedeutung haben.

Vorzugsweise wird Trialkoxy- oder Tetraalkoxysilan (2b) in Mengen von 1 bis 20 Gewichtsteilen je 100 Gewichtsteile Organopolysiloxan (1) eingesetzt.

5 Als Katalysatoren (3) für die Kondensation von direkt an Silicium gebundenen, kondensationsfähigen Gruppen können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren beliebige Katalysatoren für die Kondensation von direkt an Silicium gebundenen, kondensationsfähigen Gruppen eingesetzt werden, die bisher zur Förderung der Kondensation von direkt an Silicium gebundenen, kondensationsfähigen Gruppen eingesetzt werden konnten. Beispiele für solche Katalysatoren sind insbesondere Carbonsäuresalze von Zinn oder Zink, wobei
10 an Zinn Kohlenwasserstoffreste direkt gebunden sein können, wie Di-n-butylzinndilaurat, Zinnoctoate, Di-2-ethylzinndilaurat, Di-n-butylzinndi-2-ethylhexoat, Di-2-ethylhexylzinndi-2-ethylhexoat, Dibutyl- oder Dioctylzinndiacylate, wobei sich die Acylatgruppen jeweils von Alkansäuren mit 3 bis 16 Kohlenstoffatomen je Säure ableiten, bei denen mindestens zwei der Valenzen des an die Carboxylgruppe gebundenen Kohlenstoffatoms durch mindestens zwei andere Kohlenstoffatome als dasjenige der Carboxylgruppe abgesättigt
15 sind, und Zinkoctoate.

Weitere Beispiele für Katalysatoren (3) sind Alkoxytitanate, wie Butyltitanate und Triethanolamintitanat, sowie Zirkoniumverbindungen.

Auch als Katalysatoren (3) können gleiche oder verschiedene Moleküle dieser Katalysatorart eingesetzt werden.

20 Vorzugsweise wird der Katalysator (3) in Mengen von 1 bis 10 Gewichtsteilen je 100 Gewichtsteile Organopolysiloxan (1) eingesetzt.

Zusätzlich zu den bisher genannten Stoffen (1), (2a), (2b), und (3) können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren gegebenenfalls weitere Stoffe, wie sie zur Imprägnierung von organischen Fasern herkömmlicherweise mitverwendet werden können, mitverwendet werden. Beispiele für derartige weitere Stoffe sind in den
25 endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisende Dimethylpolysiloxane mit einer Viskosität von höchstens 10 000 mPa.s bei 25 °C, durch Trimethylsiloxygruppen endblockierte Dimethylpolysiloxane mit einer Viskosität von höchstens 10 000 mPa.s bei 25 °C und, vor allem, wenn die zu imprägnierenden Fasern mindestens zum Teil aus Cellulose oder Baumwolle bestehen, sogenannte "Knitterfrei-Ausrüstungen", wie Dimethyldihydroxyethylenharnstoff (DMDHEU) im Gemisch mit Zinknitrat
30 oder Magnesiumchlorid.

Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Stoffe können in unverdünnter Form oder in Form von Lösungen in organischem Lösungsmittel oder in Form wäßriger Emulsionen auf die zu imprägnierende Faser aufgetragen werden. Werden dabei wäßrige Emulsionen eingesetzt, so können diese Emulsionen zusätzlich zu Wasser, Dispergiermittel und den oben genannten, zu dispergierenden Stoffen Verdickungsmittel, wie Poly-N-vinylpyrrolidon, enthalten. Vorzugsweise werden die bei dem erfindungsgemäßen
35 Verfahren eingesetzten Stoffe in Form wäßriger Emulsionen auf die zu imprägnierenden Fasern aufgetragen. Als Dispergiermittel in diesen Dispersionen sind nichtionogene und kationogene Emulgatoren bevorzugt. Die Herstellung dieser Emulsionen kann in für die Emulgierung von Organopolysiloxanen bekannter Weise erfolgen.

40 Das Auftragen der bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Stoffe auf die zu imprägnierenden Fasern kann in beliebiger für die Imprägnierung von Fasern geeigneter und vielfach bekannter Weise erfolgen, z. B. durch Tauchen, Streichen, Gießen, Sprühen, einschließlich Sprühen aus Aerosolverpackung, Aufwalzen, Klotzen oder Drucken.

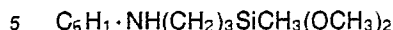
Vorzugsweise werden die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Stoffe in solchen
45 Mengen aufgetragen, daß die Gewichtszunahme der Faser durch diese Stoffe, abzüglich der dabei gegebenenfalls mitverwendeten Verdünnungsmittel, 1 bis 20 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Faser, beträgt.

Die bei Mitverwendung der Bestandteile (2a) bzw. (2b) und ggf. (3) eintretende Vernetzung der bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Organosiliciumverbindungen auf der Faser erfolgt bei Raum-
50 temperatur. Sie kann durch Erwärmen auf z. B. 50 ° bis 180 °C beschleunigt werden.

In den folgenden Teilen der Beschreibung beziehen sich alle Angaben von Teilen und Prozentsätzen auf das Gewicht, soweit nichts anderes angegeben ist.

Beispiel 1

a) Ein Gemisch aus 4,5 Teilen des Silans der Formel

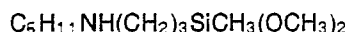


und 150 Teilen einer Mischung von cyclischen Dimethylpolysiloxanen mit 3 bis 10 Siloxaneinheiten je Molekül und 0,03 Teilen einer 40-%-igen Lösung von Benzyltrimethylammoniumhydroxid in Methanol wird unter Stickstoff und Rühren 4 Stunden auf 80 °C erwärmt. Dann wird das quaternäre Ammoniumhydroxid durch 60 Minuten Erwärmen auf 150 °C bei 13 hPa (abs.) unwirksam gemacht und gleichzeitig das Organopolysiloxan von unter diesen Bedingungen siedende Bestandteilen befreit. Das so erhaltene Organopolysiloxan enthält als direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen Methoxygruppen und zusätzlich zu Dimethylsiloxaneinheiten Diorganosiloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen N-Cyclohexyl-3-aminopropyl-Rest. Es hat eine Viskosität von 1200 mPa.s bei 25 °C und eine Aminzahl (= Anzahl der ml 1-n-HCl, die zum Neutralisieren von 1g Substanz erforderlich sind) von 0,15.

b) 35 Teile des Organopolysiloxans, dessen Herstellung vorstehend unter a) beschrieben wurde, werden unter Verwendung von 4 Teilen Polyglykolether, der durch Umsetzung von Tributylphenol (1 Mol) mit Ethylenoxyd (13 Mol) hergestellt wurde, als Dispergiermittel in 61 Teilen Wasser emulgiert.

Beispiel 2

a) Die in Beispiel 1 unter a) beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß anstelle von 4,5 Teilen des Silans der Formel

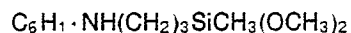


9 Teile dieses Silans verwendet werden. Das so erhaltene Organopolysiloxan enthält als direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen Methoxygruppen und zusätzlich zu Dimethylsiloxaneinheiten Diorganosiloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen N-Cyclohexyl-3-aminopropyl-Rest. Es hat eine Viskosität 1150 mPa.s bei 25 °C und eine Aminzahl von 0,29.

b) Mit dem Organopolysiloxan, dessen Herstellung vorstehend unter a) beschrieben wurde, wird eine Emulsion wie im Beispiel 1 unter b) beschrieben, hergestellt.

Beispiel 3

a) Die in Beispiel 1 unter a) beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit den Abänderungen, daß anstelle von 4,5 Teilen des Silans der Formel

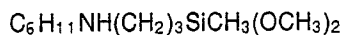


10 Teile dieses Silans und anstelle von 150 Teilen der Mischung von cyclischen Dimethylpolysiloxanen mit 3 bis 10 Siloxaneinheiten je Molekül 90 Teile dieser Mischung von cyclischen Dimethylpolysiloxanen verwendet werden. Das so erhaltene Organopolysiloxan enthält als direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen Methoxygruppen und zusätzlich zu Dimethylsiloxaneinheiten Diorganosiloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen N-Cyclohexylaminopropyl-Rest. Es hat eine Viskosität von 830 mPa.s bei 25 °C und eine Aminzahl von 0,62.

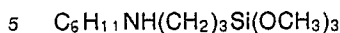
b) 35 Teile des Organopolysiloxans, dessen Herstellung vorstehend unter a) beschrieben wurde, wird unter Verwendung von 6 Teilen Polyglykolether, der durch Umsetzung von Tributylphenol (1 Mol) mit Ethylenoxyd (8 Mol) hergestellt wurde, als Dispergiermittel in 61 Teilen Wasser emulgiert.

Beispiel 4

a) Die in Beispiel 1 unter a) beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß anstelle von 4,5 Teilen des Silans der Formel



4,7 Teile des Silans der Formel

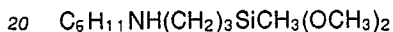


verwendet werden. Das so erhaltene Organopolysiloxan enthält als direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen Methoxygruppen und zusätzlich zu Dimethylsiloxaneinheiten Monoorganosiloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen N-Cyclohexyl-3-aminopropyl-Rest. Es hat eine Viskosität von 1220 mPa.s bei 25 ° C und eine Aminzahl von 0,14.

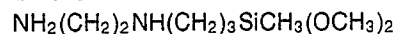
b) Mit dem Organopolysiloxan, dessen Herstellung vorstehend unter a) beschrieben wurde, wird eine Emulsion wie im Beispiel 1 unter b) beschrieben, hergestellt.

15 Vergleichsversuch 1

a) Die in Beispiel 1 unter a) beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß anstelle von 4,5 Teilen des Silans der Formel



2 Teile des Silans der Formel

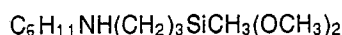


25 verwendet werden. Das so erhaltene Organopolysiloxan enthält als direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen Methoxygruppen und zusätzlich zu Dimethylsiloxaneinheiten Diorganosiloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyl-Rest. Es hat eine Viskosität von 1050 m Pa.s bei 25 ° C und eine Aminzahl von 0,14.

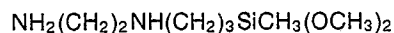
b) Mit dem Organopolysiloxan, dessen Herstellung vorstehend unter a) beschrieben wurde, wird eine Emulsion, wie im Beispiel 1 unter b) beschrieben, hergestellt.

Vergleichsversuch 2

35 a) Die im Beispiel 1 unter a) beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß anstelle von 4,5 Teilen des Silans der Formel



40 4,3 Teile des Silans der Formel

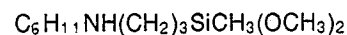


45 verwendet wird. Das so erhaltene Organopolysiloxan enthält als direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen Methoxygruppen und zusätzlich zu Dimethylsiloxaneinheiten Diorganosiloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyl-Rest. Es hat eine Viskosität von 1020 mPa.s bei 25 ° C und eine Aminzahl von 0,27.

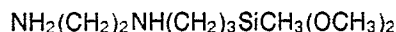
b) Mit dem Organopolysiloxan, dessen Herstellung vorstehend unter a) beschrieben wurde, wird eine Emulsion wie im Beispiel 1 unter b) beschrieben, hergestellt.

Vergleichsversuch 3

55 a) Die im Beispiel 1 unter a) beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit den Abänderungen, daß anstelle von 4,5 Teilen des Silans der Formel



4,8 Teile des Silans der Formel



- 5 und anstelle von 150 Teilen der Mischung von cyclischen Dimethylpolysiloxan mit 3 bis 10 Siloxaneinheiten je Molekül 100 Teile dieser Mischung von cyclischen Dimethylpolysiloxanen verwendet werden. Das so erhaltene Organopolysiloxan enthält als direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen Methoxygruppen und zusätzlich zu Dimethylsiloxaneinheiten Diorganosiloxaneinheiten mit einem SiC-gebundenen N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyl-Rest. Es hat eine Viskosität von 960 m Pa.s bei 25 °C und eine
- 10 Aminzahl von 0,60.

b) Mit dem Organopolysiloxan, dessen Herstellung vorstehend unter a) beschrieben wurde, wird eine Emulsion, wie im Beispiel 1 unter b) beschrieben, hergestellt.

15 Vergleichsversuch 4

Mit einem in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundenen Hydroxylgruppe aufweisenden Dimethylpolysiloxan, das eine Viskosität von 1010 mPa.s bei 25 °C besitzt, wird eine Emulsion, wie im Beispiel 1 unter b) beschrieben, hergestellt.

20

Beispiel 5

- Je ein weißes Baumwollgewebe mit einem Gewicht von 180g/cm² wird jeweils in eine Emulsion E1, E2, E3 bzw. E4 getaucht, die jeweils 30 g/l der Emulsion, deren Herstellung in den Beispielen 1, 2, 3 bzw. 4 beschrieben ist, und als Rest Wasser enthält. Ebenso wird je ein weißes Baumwollgewebe mit einem Gewicht von 180g/cm² jeweils in eine Emulsion VE1, VE2, VE3 bzw. VE4 getaucht, die jeweils 30 g/l der Emulsion, deren Herstellung in den Vergleichsversuchen 1, 2, 3 bzw. 4 beschrieben ist, und als Rest Wasser enthält. Die Baumwollgewebe werden dann jeweils auf 74 % Flüssigkeitsaufnahme abgequetscht.
- 30 Die so imprägnierten Baumwollgewebe werden anschließend 10 Minuten auf 150 °C erwärmt.

Bei den so erhaltenen imprägnierten Baumwollgeweben wird der Griff und die Vergilbung bewertet (vgl. Tabelle 1 und 2).

35 Tabelle 1: Beurteilung des Griffs

E1 = E2 = E4 = VE1 = VE2 > E3 = VE3 >> VE4

- Der Griff wurde für die mit den Emulsionen E1, E2, E4, VE1 und VE2 imprägnierten Baumwollgewebe gleich gut bewertet, wurde aber besser bewertet als für die mit den Emulsionen E3 und VE3 imprägnierten Baumwollgewebe und sehr viel besser bewertet als für das mit der Emulsion VE4 imprägnierte Baumwollgewebe.
- 40

Tabelle 2

45

Beurteilung der Vergilbung									
weißes Baumwollgewebe imprägniert mit Emulsion	E1	E2	E3	E4	VE1	VE2	VE3	VE4	ohne ¹⁾
Weißgrad nach Berger	76,1	76,3	76,5	76,8	74,7	74,5	71,5	76,6	76,5

50

¹⁾ nicht imprägniertes weißes Baumwollgewebe

- Die Bestimmung des Weißgrades ist in A. Berger, Die Farbe, Band 8, 1959, Seite 187-202 beschrieben. Für das nicht imprägnierte, weiße Baumwollgewebe wurde ein Wert von 76,5 ermittelt. Niedrigere Werte als
- 55 76,5 kennzeichnen eine Vergilbung des Gewebes, höhere Werte ein weißeres Gewebe.

Ansprüche

1. Verfahren zur Imprägnierung von organischen Fasern mit Organopolysiloxan (1), das zusätzlich zu Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden SiC-gebundenen, organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind, mindestens zwei einwertige SiC-gebundene Reste mit basischem Stickstoff enthält, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Teil der SiC-gebundenen Reste mit basischem Stickstoff aus SiC-gebundenen N-Cyclohexylaminoalkyl-Resten besteht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die SiC-gebundenen N-Cyclohexylaminoalkyl-Reste in Monoorganosiloxan- und/oder Diorganosiloxan- und/oder Triorganosiloxaneinheiten vorliegen.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der SiC-gebundene N-Cyclohexylaminoalkyl-Rest ein SiC-gebundener N-Cyclohexyl-3-aminopropyl-Rest ist.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Organopolysiloxan (1) gemäß Anspruch 1, 2 oder 3 direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen enthält.
5. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (1) gemäß Anspruch 1, 2 oder 3 zusammen mit Organopolysiloxan (2a) mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül eingesetzt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen aufweisendes Organopolysiloxan (1) gemäß Anspruch 1, 2 oder 3 zusammen mit Trialkoxy- oder Tetraalkoxysilan (2b) eingesetzt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß Katalysator (3) für die Kondensation von direkt an Silicium gebundene, kondensationsfähige Gruppen mitverwendet wird.

30

35

40

45

50

55