

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 467 246 A1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **91111708.3**

(51) Int. Cl.⁵: **D06M 15/41**, //D06M101:34,
D06M101:12

(22) Anmeldetag: **13.07.91**

(30) Priorität: **14.07.90 DE 4022454**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
22.01.92 Patentblatt 92/04

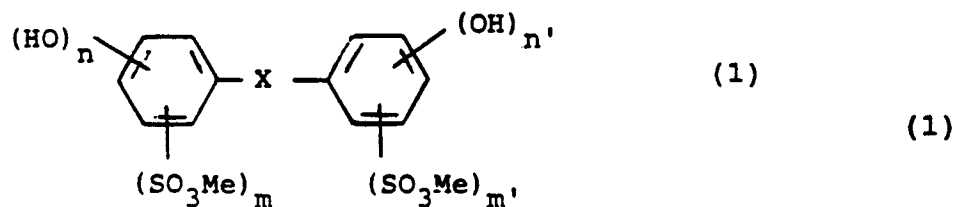
(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE DK ES FR GB IT LI SE

(71) Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Postfach 80 03 20
W-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

(72) Erfinder: **Ehrler, Rudolf, Dr.**
Ringstrasse 22d
W-6993 Flörsheim(DE)
Erfinder: **Kallfass, Dietmar, Dr.**
Schwedenstrasse 5
W-6237 Liederbach(DE)
Erfinder: **Lämmermann, Dieter, Dr.**
Breckenheimer Strasse 32
W-6238 Hofheim a. Ts.(DE)
Erfinder: **Mees, Bernhard, Dr.**
Gräfliche Strasse 31
W-6239 Eppstein(DE)
Erfinder: **Naumann, Ursula**
Eichendorffstrasse 7
W-6204 Taunusstein(DE)

(54) Verfahren zur schmutzabweisenden Ausrüstung von Textilmaterial aus Polyamid oder Wolle.

(57) Verfahren zur schmutzabweisenden Ausrüstung von Textilmaterial aus Wolle oder Polyamid, wobei man das Textilmaterial mit einem Kondensationsprodukt eines zweikernigen Phenols der Formel 1



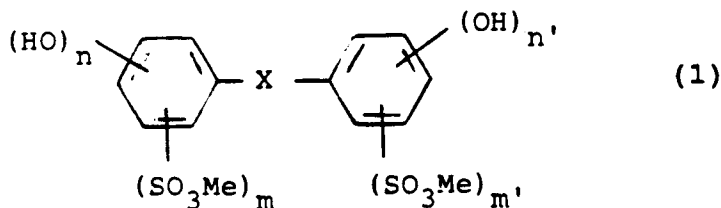
wobei X eine direkte Bindung oder ein Brückenglied der Formel -SO₂-, -SO-, -S-, -CH₂-, -C(CH₃)₂- oder -CO-, vorzugsweise -SO₂-,

n und n' die Zahlen 1 oder 2, m und m' die Zahlen 0, 1 oder 2 und Me Wasserstoff oder ein Alkali-, Erdalkali- oder Ammonium-Ion bedeuten, mit Formaldehyd und Amidoschwefelsäure, oder deren Alkali-, Erdalkali- oder Ammoniumsalze behandelt.

EP 0 467 246 A1

Moderne Teppichausrüstungen enthalten als Hauptbestandteil sogenannte Fluorcarbonharze, die dem Material wasser- und ölabweisende Eigenschaften verleihen. Zusätzlich enthalten derartige Formulierungen eine schmutzabweisende Komponente (Stainblocker). Für diesen Zweck sind diverse Kondensationsprodukte aus Formaldehyd und sulfonierten aromatischen Hydroxyverbindungen bekannt (EP 242 496, EP 328 822, EP 332 343, US 4 839 212, US 4 822 373). All diesen Produkten ist gemeinsam, daß dabei eine Sulfonsäuregruppe direkt an den aromatischen Ring gebunden ist.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur schmutzabweisenden Ausrüstung von Textilmaterial aus Polyamid oder Wolle, wobei man das Textilmaterial mit einem Kondensationsprodukt eines zweikernigen Phenols der Formel 1



wobei X eine direkte Bindung oder ein Brückenglied der Formel $\text{-SO}_2\text{-}$, -SO- , -S- , $\text{-CH}_2\text{-}$, $\text{-C(CH}_3)_2\text{-}$ oder -CO- , vorzugsweise $\text{-SO}_2\text{-}$,

n und n' die Zahlen 1 oder 2, m und m' die Zahlen 0, 1 oder 2 und Me Wasserstoff oder ein Alkali-, Erdalkali- oder Ammonium-Ion bedeuten, mit Formaldehyd und Amidoschwefelsäure oder deren Alkali-, Erdalkali- oder Ammoniumsalze behandelt.

Im Gegensatz zu den aus dem Stand der Technik bekannten Stainblockern liegen bei den erfindungsgemäß zu verwendenden Kondensationsprodukten nicht nur Sulfonsäuregruppen vor, sondern auch Gruppen der Formel $\text{-CH}_2\text{NHSO}_3\text{Me}$. Diese Kondensationsprodukte und deren Herstellung sind aus DE-A 25 49 533 bekannt. Dieses Dokument beschreibt die Eignung dieser Kondensationsprodukte als Hilfsmittel zur Verbesserung der Naßechtheiten von Polyamidfärbungen. Eine Wirkung als Stainblocker ist dort nicht erwähnt.

Zweikernphenole der Formel 1 sind Dihydroxydiphenylsulfon, Dihydroxydiphenylsulfoxid, Dihydroxydiphenylsulfid, Dihydroxydiphenylmethan, Dihydroxy-diphenyl-dimethylmethan, Dihydroxybenzophenon und Dihydroxydiphenyl, wobei die Hydroxygruppen in 4,4'-, 2,2'- oder 4,2'-Position stehen können, 2,4,2',4'-Tetrahydroxydiphenylsulfon, -diphenylsulfoxid, -diphenylsulfid, -diphenylmethan, -diphenyldimethylmethan, -benzophenon und -diphenyl, sowie die daraus durch Substitution mit Sulfonsäuregruppen abgeleiteten Derivate. Besonders vorteilhaft sind solche zweikernigen Phenole der Formel 1, in denen X ein Brückenglied der Formel SO_2 bedeutet. Ferner werden solche zweikernigen Phenole der Formel 1 bevorzugt zur Herstellung der Kondensationsprodukte eingesetzt, die wenigstens eine Sulfogruppe enthalten.

Sehr gut geeignet zur Herstellung der erfindungsgemäß zu verwendenden Kondensationsprodukte sind auch rohe Umsetzungsprodukte von Phenol-Derivaten, insbesondere von Phenol selbst mit Schwefelsäure, Oleum oder Schwefeltrioxid, die beispielsweise gemäß Ullmann, Bd. 13, Seite 452 erhalten werden können. Diese Produkte können ohne Isolierung anstelle des zweikernigen Phenols der Formel 1 eingesetzt werden.

Der zur Herstellung der erfindungsgemäßen Kondensate verwendete Formaldehyd kann in Form seiner wäßrigen Lösung, vorzugsweise einer 30 bis 39 Gew.-%igen Lösung eingesetzt werden. Anstelle von Formaldehyd können jedoch auch äquivalente Mengen solcher Substanzen verwendet werden, die unter den Reaktionsbedingungen Formaldehyd abspalten, wie z.B. Paraformaldehyd, Urotropin oder Trioxymethylen.

Zur Herstellung der erfindungsgemäß zu verwendenden Kondensationsprodukte werden solche Mengen an zweikernigem Phenol und Formaldehyd verwendet, daß das Molverhältnis von zweikernigem Phenol zu Formaldehyd zwischen 1,0:0,7 und 1,0:2,5 liegt. Als Sulfamate werden Natrium-, Kalium-, Calcium- oder Ammoniumsulfamat bevorzugt. Diese Sulfamate bzw. die Amidoschwefelsäure werden in einer solchen Menge eingesetzt, daß das Molverhältnis von zweikernigem Phenol zu diesen Modifizierungsmitteln zwischen 1,0:0,1 und 1,0:1,5 liegt.

Die so modifizierten Harze enthalten an den Kernen des Zweikernphenols der Formel 1 zusätzlich die Gruppierung $\text{-CH}_2\text{-NH-SO}_3\text{Me}$, die durch Reaktion von Methylolgruppen im Harz mit den Modifizierungsmitteln entstanden ist.

Die Kondensation wird in der Weise durchgeführt, daß Mischungen des zweikernigen Phenols der Formel 1 mit Formaldehyd bzw. einer Formaldehyd abspaltenden Substanz, einem Modifizierungsmittel,

Wasser und, sofern die Einstellung eines bestimmten pH-Wertes gewünscht wird, einer Säure oder Base, unter Rühren auf Temperaturen von etwa 60 bis 140 °C, vorzugsweise 90 bis 110 °C erhitzt werden. Der pH-Wert der Reaktionsmischung soll während der Kondensationszeit bevorzugt zwischen 7 und 11 liegen. In Abwandlung dieses Verfahrens kann man auch zusätzlich eine Mischung aus zweikernigem Phenol und Formaldehyd vorkondensieren und dann in einem zweiten Schritt dieses Vorkondensats erneut mit Formaldehyd und Sulfamat oder Amidoschwefelsäure umsetzen. Die erforderlichen Kondensationszeiten richten sich nach dem gewünschten Kondensationsgrad. Der Kondensationsgrad bestimmt in hohem Maße die Wirksamkeit der Kondensationsprodukte. Bereits nach kurzer Kondensationsdauer werden weitgehend wasserlösliche Kondensationsprodukte erhalten. Vorzugsweise soll ein Kondensationsgrad eingehalten werden, bei dem die Kondensationsprodukte in 5 %iger wäßriger Lösung einen K-Wert von 7 bis 17 aufweisen.

Die so erhaltenen wäßrigen Lösungen können direkt als Stainblocker eingesetzt werden. Man kann jedoch auch diese wäßrigen Lösungen zuvor durch Trocknen in Pulverform überführen und diese Pulver dann wieder in Wasser lösen. Die beschriebenen Kondensationsprodukte lassen sich auf gefärbte oder ungefärbte, aminogruppenhaltige Substrate wie Wolle oder Polyamid oder deren Mischungen mit anderen Fasern applizieren. Sie können auf diese Substrate allein oder zusammen mit anderen wasser-, öl- und/oder schmutzabweisenden Produkten aufgebracht werden, die Perfluoralkylgruppen enthalten, soweit die Ionogenität dies zuläßt. Die Kondensationsprodukte lassen sich im Auszieh-, Foulard- oder Sprühverfahren anwenden. Auch die Mitverwendung im Färbebad ist möglich.

Die nötigen Einsatzmengen, um eine Schutzwirkung des Substrats zu erreichen, liegen bezogen auf die zu behandelnde Ware zwischen 0,2 % und 5 %, üblicherweise bei 1 % bis 2,5 % der Wirksubstanz.

Die Kondensationsprodukte werden gewöhnlich bei pH-Werten zwischen 2 und 5 verwendet. Wird ein pH-Wert von 2 gewählt, so läßt sich die eingesetzte Produktmenge verringern. Auch durch Zugabe von Magnesiumsulfat läßt sich die Affinität (zum Textilmaterial) erhöhen. Die Produkte ziehen bereits bei niedrigen Temperaturen wie z.B. bei Raumtemperatur gut auf. Eine effektivere Schutzwirkung wird jedoch bei Erhöhung der Badtemperatur auf 60 °C bis 80 °C erzielt. So erreicht man im Ausziehverfahren (mit 0,8 % bezogen auf Warengewicht) bei einem pH-Wert von 2 und einer Temperatur von 70 °C eine ausgezeichnete Schutzwirkung.

Bei einer Foulard-Applikation ist ein Dämpfprozeß nachzuschalten, ehe die Ware einen Perfluoroverspray erhält und abschließend getrocknet und/oder kondensiert wird. Eine effektive Schutzwirkung wird bereits mit 1 % bezogen auf die Ware bei einem pH von 2 erreicht.

Bei dem hier beschriebenen Verfahren ist es im Vergleich zu herkömmlichen Verfahren möglich, bei gleicher Blockierwirkung mit geringeren Mengen an Stainblockern zu arbeiten. Die hohe Effizienz in der Anwendung bei hoher Schutzwirkung und geringer Neigung zum Vergilben ist ein wesentlicher Vorteil der Erfindung.

Anwendung von Stainblockern im Ausziehverfahren (Linitestmethode)

Im Ausziehverfahren werden die Stainblocker in einem automatisch arbeitenden Linitest-Färbeaggregat auf - von störenden Präparationsresten befreiten - Strängchen aus Polyamidteppichgarn appliziert. Dabei wird jeweils ein Strang in jeweils einen verschraubbaren Edelstahlzylinder zusammen mit der Ausrüstungsflotte gegeben. Bis zu zwölf Zylinder werden von einem Gestell gehalten, das in einem Wasserbad gedreht wird, dessen Temperatur, Aufheizrate, Färbezeit und Abkühlung automatisch geregelt werden kann.

In einem typischen Ausrüstungsbad kommen Stainblocker bei einem Flottenverhältnis von 1:20 zur Anwendung, wobei deren Menge 1 % oder 2,5 %, bezogen auf das Fasergewicht, beträgt. Die Stainblocker werden bei einem pH-Wert von 2,5 aufgebracht, der durch Zugabe von Amidoschwefelsäure eingestellt wird. Zur Verbesserung der Affinität können, bezogen auf das Fasergewicht, noch 2 % Magnesiumsulfat zugesetzt werden.

Nach Ansatz der Lösungen werden die Zylinder mit den entsprechenden Ausrüstungsflotten beschickt. Die zu behandelnden Polyamidstränge, die zuvor mit entmineralisiertem Wasser leicht angetzt wurden, werden anschließend in die Zylinder gegeben, so daß sie gut von den Lösungen bedeckt sind.

Die Zylinder werden bei 30 °C in das Färbeaggregat gestellt und dort fünf Minuten zur Konditionierung belassen. Mit zwei Grad pro Minute wird nun das Wasserbad auf die für die Applikation des Stainblockers gewünschte Temperatur gebracht. Üblicherweise behandelt man die Ware bei 70 °C ± 2 °C, um das Aufziehen der Produkte zu gewährleisten. Bei Erreichen dieser Temperatur läßt man die Ansätze 20 Minuten lang auf die Ware einwirken, ehe man auf 30 °C abkühlt.

Die behandelte Ware wird den Zylindern entnommen und gut mit kaltem, entmineralisiertem Wasser gespült. Nacheinander werden die Stränge jeweils mit frischem Wasser bei einem Flottenverhältnis von

1:40 bei Raumtemperatur gespült und von Hand abgedrückt. Die gespülte Ware wird zentrifugiert oder zur Entfernung überflüssiger Flüssigkeit auf dem Foulard abgequetscht. Anschließend trocknet man während 20 Minuten bei 90 ° C in eine Umlufttrockenschrank.

Die trockenen Proben können dann anhand der im folgenden beschriebenen Testmethoden zur
5 Anschmutzung geprüft werden.

Anschmutzungsprüfung

Diese Prüfung wird benutzt, um eine rasche Bestimmung der Stainblockerwirksamkeit gegen die
10 Anschmutzung von Teppichen durch Limonadenge tränke, die Säurefarbstoffe, z.B. C.I. Acid Red 40, enthalten, zu ermöglichen. Die zur Prüfung verwendeten Getränke, die auch Zucker, Zitronensäure, Aromastoffe, Vitamine und Mineralstoffe enthalten können, sind käufliche Produkte in Form von Pulver, das entsprechend den Herstellerangaben in entmineralisiertem Wasser gelöst wird. Mit dem auf diese Weise gelösten farbstoffhaltigen Pulver werden die zur Anschmutzung der ausgerüsteten Ware benötigten Färbeflotten erstellt. Sie enthalten 90 g pro Liter des Pulvers bei einem pH-Wert von etwa 3.

Der Anschmutztest wird in einem automatisch arbeitenden Linitest-Färbeaggregat mit bis zu 12 verschraubbaren Edelstahlzylindern durchgeführt. Die Zylinder werden jeweils mit einem Testmuster und der färbenden Anschmutzflotte bestückt.

Als Testmuster kommt SNIA-Teppichgarn 357 aus Polyamid 6 zur Anwendung. Es handelt sich dabei
20 um trilobales Garn der Stärke 12, fixiert und ohne vorherige Fluorbehandlung. Zur Beseitigung von Präparationsresten werden die zu Strängchen gebundenen Muster (5 g ± 0,5 g) bei einem Flottenverhältnis von 1:40 während 20 Minuten kochend in Gegenwart eines Oleylsarkosids (1 g/l ^(R)Arkomon A konz.) gewaschen.

Anschließend wird mit entionisiertem Wasser ca. fünf Minuten schaumfrei gespült, die Ware durch
25 Zentrifugieren oder Abquetschen von überschüssiger Flüssigkeit befreit und bei 90 ° C etwa 20 Minuten im Umlufttrockenschrank getrocknet.

Vor Durchführung der Tests wird die Ware mit Wasser gut genetzt und überschüssiges Wasser durch Zentrifugieren beseitigt. Jeder Edelstahlzylinder wird mit jeweils einem noch feuchten Testmuster beladen und mit der anschmutzenden Färbeflotte gefüllt, so daß bei einem Flottenverhältnis von 1:20 bei 20 ° C ±
30 2 ° C während 30 Minuten die Ware behandelt werden kann. Dabei werden die Zylinder von einem Gestell gehalten, das in einem Wasserbad gedreht wird, um die ständige Bewegung der Flotte zu garantieren.

Anschließend werden die angeschmutzten Proben unter fließendem kalten, entmineralisierten Wasser so lange gespült, bis das Spülwasser nicht mehr gefärbt ist. Die gespülte Ware wird zentrifugiert oder zur Entfernung überschüssiger Flüssigkeit abgequetscht und verweilt dann 20 Minuten bei 90 ° C im Umluft-
35 trockenschrank.

Frühestens eine Stunde nach der Trocknung werden die durch Farbstoff angeschmutzten Proben gegen einen Standard visuell bemustert. Bewertet wird die Tiefe der Anfärbung.

UV-Vergilbungstest (Xenotest)

Die Vergilbungsneigung von mit Stainblockern ausgerüsteter Ware wird ermittelt, indem man sie 16
40 Stunden lang mit UV-Licht bestrahlt. Ausgerüstete Muster von 12 cm x 4 cm oder dicht gewickelte Garne mit einer Wickelbreite von 1 cm werden im Xenotest 150 S im Wendelauf bei 30 ° C und 60 % rel. Luftfeuchte bestrahlt. Gegen einen mitlaufenden Standard werden sie anschließend visuell beurteilt.

Die folgenden Beispiele sollen das Verfahren erläutern:
45

Beispiele

50 1. Unter N₂ werden in folgender Reihenfolge vorgelegt
125,2 g (0.5 Mol) 4,4'-Dihydroxydiphenylsulfon
275 g E-Wasser
60,5 g (0.5 Mol) 33 %ige NaOH
25 g (0.25 Mol) 30 %ige Formaldehydlösung
55 und 2 Stunden auf 100 ° C erhitzt. Zu dieser rotbraunen, klaren Lösung werden nach Abkühlung auf Raumtemperatur 193,7 g (0.65 Mol) 40 %ige Natriumsulfamatlösung zugegeben, auf 100 ° C aufgeheizt und während 3 Stunden 65,1 g (0.65 Mol) 30 %ige Formaldehydlösung zugetropft und weitere 6 Stunden bei dieser Temperatur gehalten. Man erhält 736,4 g eines braunen, klaren Produkts; pH-Wert:

9,0; Feststoffgehalt: 31,3 %; K-Wert: 8,9.

2. Im 500 ml Rührautoklaven werden unter N₂ nacheinander vorgelegt

125,2 g (0.5 Mol) 4,4'-Dihydroxydiphenylsulfon

275 g E-Wasser

63,1 g (0.65 Mol) Amidoschwefelsäure

139,4 g (1.15 Mol) 33 %ige NaOH

90,1 g (0.9 Mol) 30 % Formaldehydlösung

und 1,5 Stunden bei 130-135 °C und 3-6 bar erhitzt. Man erhält eine rotbraune, klare Flüssigkeit. pH-Wert: 9,0;

Feststoffgehalt: 34,6 %; K-Wert: 11,4.

3. Im 500 ml Rührautoklaven werden unter N₂ vorgelegt

75,1 g (0.3 Mol) 4,4'-Dihydroxydiphenylsulfon

165 g E-Wasser

37,8 g (0.39 Mol) Amidoschwefelsäure

83,6 g (0.69 Mol) 33 %ige NaOH

54,1 g (0.54 Mol) 30 %ige Formaldehydlösung

und 1 Stunde bei 130-135 °C und 4 bar erhitzt. Man erhält 404 g einer rotbraunen, klaren Flüssigkeit. pH-Wert: 9,0;

Feststoffgehalt: 36,8 %; K-Wert: 7,9.

4. Zusammensetzung wie Beispiel 3. mit einer Reaktionszeit von 10 Stunden bei 110 °C bei 3 bar. Es wird mit 152 g E-Wasser versetzt. pH-Wert: 8,8; Feststoffgehalt: 23,8 %;

D₂₀ = 1,12; K-Wert: 10,4; Iodfarbzahl: 40-60.

5. Zusammensetzung wie Beispiel 3. mit einer Reaktionszeit von 30 Stunden bei 90 °C bei 5 bar. pH-Wert: 9,1;

Feststoffgehalt: 36,6 %; D₂₀ = 1,20; K-Wert: 13,1;

Iodfarbzahl: 90.

6. Im 500 ml Rührautoklaven werden unter N₂ vorgelegt

125,2 g (0.5 Mol) 4,4'-Dihydroxydiphenylsulfon

233 g E-Wasser

60,5 g (0.5 Mol) 33 %ige NaOH

55 g (0.55 Mol) 30 %ige Formaldehydlösung

und 2 Stunden bei 110 °C erhitzt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden

193,7 g (0.65 Mol) 40 %ige Natriumsulfamatlösung zugetropft und zum Rückfluß erhitzt. Innerhalb von 3,5 Stunden werden bei dieser Temperatur

65,1 g (0.65 Mol) 30 %ige Formaldehydlösung zugetropft und weitere 3,5 Stunden am Rückfluß erhitzt. Man erhält 714 g einer rotbraunen, klaren Flüssigkeit. pH-Wert: 9,2; Feststoffgehalt: 33,9 %; K-Wert: 11,5.

7. Im 500 ml Rührautoklaven werden unter Stickstoff nacheinander vorgelegt

100,1 g (0,5 Mol) 4,4'-Dihydroxydiphenylmethan

270 g E-Wasser

58,3 g (0,6 Mol) Amidoschwefelsäure

133,3 g (1,1 Mol) 33 %ige NaOH

90,1 g (0,9 Mol) 30 %ige Formaldehyd-Lösung

und 30 Stunden bei 90 °C erhitzt. Man erhält eine klare viskose Flüssigkeit. pH-Wert: 8,9; K-Wert: 10,5.

8. Im 1-1-Vierhalskolben werden 225,6 g (2,4 Mol) Phenol unter Stickstoffüberlagerung bei 50-60 °C aufgeschmolzen. Danach werden unter Rühren während ca. 30 Minuten 117,6 g (1,2 Mol) konzentrierte Schwefelsäure zugetropft, wobei die Temperatur auf maximal 100 °C ansteigt. Anschließend läßt man 123 g (1,1 Mol) Chlorbenzol zulaufen und kocht am Wasserabscheider (Innentemperatur ca. 135 °C). Die schwere Phase (Chlorbenzol) läuft hierbei in den Kolben zurück. Nachdem 41 g Wasser abdestilliert sind, kühlt man auf 90 °C ab, vertauscht den Wasserabscheider gegen einen Abscheider für Lösungsmittel, die schwerer sind als Wasser, gibt das abdestillierte Wasser und weitere 100 g E-Wasser zum Reaktionsgemisch und kreist das Chlorbenzol aus. Im Verlauf der Chlorbenzoldestillation läßt man weitere 100 g E-Wasser zulaufen. Ist alles Chlorbenzol abgeschieden, destilliert man noch 100 g Wasser ab. Man kühlt auf 70 °C ab und dosiert 146 g (1,2 Mol) 33 %ige Natronlauge zu. Dann werden 108 g

(1,08 Mol) 30 %ige Formaldehyd-Lösung und schließlich 72 g (0,24 Mol) 40 %ige Natriumsulfamat-Lösung zugetropft. Anschließendes zehnstündiges Erhitzen am Rückfluß ergibt eine rotbraune viskose Flüssigkeit.

Anwendungstechnische Beispiele

Zu Beispiel 1.

- 5 Das so erhaltene Produkt wurde im Ausziehverfahren mit 2,5 % (0,8 % Wirksubstanz), bezogen auf das Warengewicht, auf Polyamidteppichgarn wie beschrieben appliziert. Der pH-Wert wurde mit Amidoschwefelsäure auf 3,5 und 2 eingestellt. Bei Prüfung der Blockierwirkung zeigte sich, daß bei pH 3,5 eine geringe Anfärbung, bei pH 2 aber keine Anfärbung festzustellen ist, während unbehandelte Kontrollware tiefrot gefärbt wird. Muster, die mit diesem Produkt behandelt sind, zeigen nach 16 Stunden UV-Bestrahlung im
10 Xenotest keine Vergilbung.

Zu Beispiel 3.

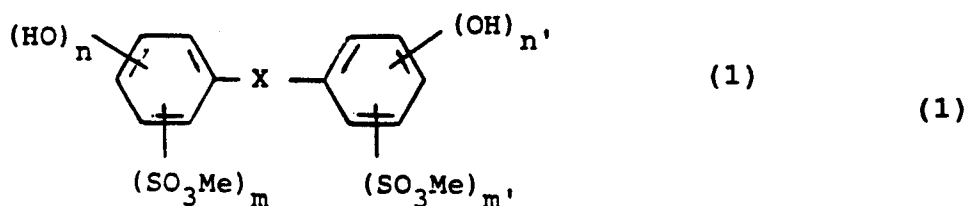
- 15 Im Ausziehverfahren wurde die so erhaltene Lösung auf Polyamidteppichgarn mit 2,5 % (1 % Wirksubstanz), bezogen auf das Warengewicht, bei einem mit Essigsäure eingestellten pH-Wert von 3,5 wie beschrieben aufgebracht. Das so ausgerüstete Garn wurde hinsichtlich der Schutzwirkung mit der beschriebenen Methode geprüft. Der ausgerüstete Strang zeigte nur eine schwache Anfärbung, während die unbehandelte Kontrollware tiefrot angefärbt war. Muster, die mit dieser Lösung behandelt waren, zeigen nach 16 Stunden UV-Bestrahlung im Xenotest keine Vergilbung.

Zu Beispiel 5.

- 20 Wie im vorhergehenden Anwendungsbeispiel wurde die so erhaltene Lösung auf Polyamidteppichgarn mit 2,5 % (1 % Wirksubstanz), bezogen auf das Warengewicht bei einem mit Essigsäure eingestellten pH von 3,5 im Ausziehverfahren appliziert und anschließend die Antischmutzneigung geprüft. Der ausgerüstete Strang zeigte eine geringe Anfärbung, während die unbehandelte Kontrollware tiefrot angefärbt wird. Muster, die mit dieser Lösung behandelt waren, zeigen nach 16 Stunden UV-Bestrahlung im Xenotest keine Vergilbung.

30 **Patentansprüche**

1. Verfahren zur schmutzabweisenden Ausrüstung von Textilmaterial aus Wolle oder Polyamid, dadurch gekennzeichnet, daß man das Textilmaterial mit einem Kondensationsprodukt eines zweikernigen Phenols der Formel 1



45 wobei X eine direkte Bindung oder ein Brückenglied der Formel $-\text{SO}_2-$, $-\text{SO}-$, $-\text{S}-$, $-\text{CH}_2-$, $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ oder $-\text{CO}-$, vorzugsweise $-\text{SO}_2-$,

n und n' die Zahlen 1 oder 2, m und m' die Zahlen 0, 1 oder 2 und Me Wasserstoff oder ein Alkali-, Erdalkali- oder Ammonium-Ion bedeuten, mit Formaldehyd und Amidoschwefelsäure, oder deren Alkali-, Erdalkali- oder Ammoniumsalze behandelt.

- 50 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Textilmaterial mit einem Kondensationsprodukt eines zweikernigen Phenols der Formel 1, wobei X ein Brückenglied der Formel $-\text{SO}_2-$ bedeutet, mit Formaldehyd und Amidoschwefelsäure oder deren Alkali-, Erdalkali- oder Ammoniumsalz behandelt.

- 55 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man auf das Textilmaterial 0,2 bis 5 Gew.-% des Kondensationsprodukts aufbringt.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			EP 9111708.3														
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.')														
D, X	DE - A1 - 2 549 533 (CASSELLA FARBWERKE MAINKUR AG) * Gesamt * --	1-3	D 06 M 15/41 //D 06 M 101:34 D 06 M 101:12														
X	EP - A1 - 0 242 495 (MONSANTO COMPANY PATENT DEPARTMENT) * Ansprüche; Zusammenfassung * --	1-3															
D, X	EP - A1 - 0 242 496 (MONSANTO COMPANY PATENT DEPARTMENT) * Ansprüche; Zusammenfassung * --	1-3															
X	US - A - 4 879 180 (BLYTH et al.) * Ansprüche * ----	1-3															
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.')														
			D 06 M														
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.																	
Recherchenort WIEN		Abschlußdatum der Recherche 28-10-1991	Prüfer BECK														
<table border="0"><tr><td>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</td><td>E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</td></tr><tr><td>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet</td><td>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie</td><td>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>A : technologischer Hintergrund</td><td></td></tr><tr><td>O : mündliche Offenbarung</td><td></td></tr><tr><td>P : Zwischenliteratur</td><td>& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</td></tr><tr><td>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</td><td></td></tr></table>				KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument	Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument	A : technologischer Hintergrund		O : mündliche Offenbarung		P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist																
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument																
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument																
A : technologischer Hintergrund																	
O : mündliche Offenbarung																	
P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument																
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze																	