



① Veröffentlichungsnummer: 0 513 656 A1

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 92107668.3

22 Anmeldetag: 06.05.92

(12)

(51) Int. Cl.⁵: **D06P** 1/52, D06M 13/507, D06M 13/513

3 Priorität: 11.05.91 DE 4115461

14.03.92 DE 4208212 28.03.92 DE 4210270 28.03.92 DE 4210271

- Veröffentlichungstag der Anmeldung: 19.11.92 Patentblatt 92/47
- Benannte Vertragsstaaten:
 BE CH DE ES FR GB IT LI PT

71 Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT Postfach 80 03 20

W-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

Erfinder: Schrell, Andreas, Dr.

Am Stockkamp 5 W-4420 Coesfeld(DE)

Erfinder: Russ, Werner Hubert, Dr.

Wingertstrasse 8a W-6093 Flörsheim(DE) Erfinder: Riehm, Thomas

Südring 55

W-6234 Hattersheim am Main(DE)

Erfinder: Vaahs, Tilo, Dr. Am Flachsland 54

W-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)

- (54) Verfahren zum Färben von mit Silanen modifizierten Fasermaterialien, die Modifizierung von Fasermaterialien mit Silanen.
- Ein Verfahren zum Färben von textilen Fasermaterialien mit wasserlöslichen Farbstoffen, insbesondere anionischen Farbstoffen, von diesen insbesondere solche mit einer faserreaktiven Gruppe, bei welchem man die Färbung unter Anwendung elektrolytarmer oder gänzlich elektrolytfreier und/oder alkaliarmer oder gänzlich alkalifreier Färbeflotten oder Druckpasten durchführt und als textiles Material ein Fasermaterial verwendet, das mit einer aminogruppenhaltigen Silanverbindung modifiziert wurde. Die Modifizierung des Fasermaterials erfolgt in der Weise, daß man die aminogruppenhaltige Silanverbindung in wäßriger Lösung auf das Material aufbringt und das imprägnierte Material einer Hitzebehandlung unterwirft. Desweiteren werden neue Silanverbindungen, die eine sekundäre Aminogruppe enthalten und ebenfalls für den genannten Zweck eingesetzt werden können, beschrieben.

Die beim Färben Von Textilien zur Erhöhung der Substantivität von wasserlöslichen Textilfarbstoffen benötigten und nach Abschluß der Färbung frei werdenden großen Salz- und/oder Alkalimengen mit der damit verbundenden Umweltbelastung waren Anlaß, nach einem neuen Verfahren zu suchen, das es erlaubt, die Mengen dieser notwendigen Zusätze drastisch zu verrringern oder gänzlich auf sie zu verzichten. Zwar kann Alkali in den Färbeabwässern neutralisiert werden, jedoch führt dies dazu, daß zusätzliche Salze in das Abwasser gelangen, woraus sie nicht mehr entfernt werden können. Es war deshalb Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zum Färben von allen Arten textiler Fasermaterialien, wie natürliche und synthetische Fasermaterialien, beispielsweise Polyacrylnitril- und Polyesterfasermaterialien sowie hydroxy- und/oder carbonamidgruppenhaltige Fasermaterialien natürlicher und synthetischer Herkunft, wie Fasermaterialien aus Polyamid-4, Polyamid-6 und Polyamid-11, Seide, Wolle und andere Tierhaare, und insbesondere Fasermaterialien, die den Grundkörper der α- und/oder β-Glucose enthalten, wie Cellulosefasermaterialien, beispielsweise Baumwolle, Hanf, Jute und Leinen, oder deren synthetischen und regenerierten Abkömmlinge, wie Celluloseacetat, Viskoseseide und Zellwolle, zu finden, das nur mit möglichst geringen Mengen an Elektrolytsalzen, wie Natriumchlorid und Natriumsulfat, oder gänzlich ohne Elektrolytsalze und gleichzeitig mit nur geringen Mengen an einem alkalisch wirkenden Agenz, wie Natriumcarbonat, Natriumhydroxid oder Wasserglas, oder gänzlich ohne solch ein alkalisch wirkendes Mittel durchgeführt werden kann. Die Verwendung von alkalisch wirkenden Mitteln ist insbesondere erforderlich zur Fixierung der technisch wichtigen Reaktivfarbstoffe auf der Faser. Ein Färbeverfahren, das salzarm oder gänzlich ohne Salz und gleichzeitig nur unter Verwendung von geringen Mengen eines alkalisch wirkenden Mittels oder gänzlich ohne solch ein alkalisches Hilfsmittel durchgeführt werden kann, ist deshalb insbesondere bei den Färbeverfahren unter Verwendung von faserreaktiven Farbstoffen vorteilhaft. Denn neben dem Fixiervorgang des faserreaktiven Farbstoffes in der wäßrigen, oft stark alkalischen Färbeflotte können zusätzlich noch Hydrolysereaktionen des faserreaktiven Farbstoffes ablaufen, weswegen die Fixierung auf dem Fasermaterial nicht vollständig ist. Aus diesem Grunde müssen im Anschluß an den Färbeprozeß teilweise umfangreiche und zeitaufwendige Wasch- und Spülprozesse ausgeführt werden, wie das mehrfache Spülen mit kaltem und heißem Wasser und einer dazwischenliegenden Neutralisationsbehandlung zur Entfernung überschüssigen Alkalis auf dem gefärbten Material und des weiteren beispielsweise eine Kochwäsche mit einem nichtionogenen Waschmittel, um die guten Echtheiten der Färbung zu gewährleisten.

Es wurde nunmehr gefunden, daß man in überraschender Weise Färbungen von wasserlöslichen Textilfarbstoffen, insbesondere faserreaktiven Farbstoffen, mit gleichmäßiger Farbnuance und hoher Farbstärke und mit guten Fabrikations- und Gebrauchsechtheiten erhält, wenn man ein Fasermaterial verwendet, das mit einer Silanverbindung modifiziert wurde, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der an das Siliciumatom gebundenen Substituenten, wie beispielsweise Alkyl-, Alkoxy- und Phenylreste, eine primäre, sekundäre oder tertiäre Aminogruppe, eine primäre, sekundäre, tertiäre oder quartäre Ammoniumgruppe oder eine Hydroxy- oder Thiolgruppe besitzt, wobei diese Substituenten noch durch weitere nicht-ionische und/oder anionische Substituenten substituiert sein können, und mit der Maßgabe, daß mindestens einer der an das Siliciumatom gebundenen Substituenten ein Substituent ist, der durch Wasser zur Hydroxygruppe hydrolysiert wird.

Die Alkyl- und Alkoxysubstituenten sind bevorzugt solche von 1 bis 8 C-Atomen. Die Verwendung dieses mit solch einer Silanverbindung modifizierten Fasermaterials erlaubt es, das Färbeverfahren (worunter auch Druckverfahren verstanden werden) unter Anwendung von elektrolytarmen und alkaliarmen oder gar elektrolytfreien und alkalifreien Färbeflotten durchzuführen, weswegen auch die aufwendige Nachbehandlung der Färbungen durch Spül- und Kochprozesse entfallen kann.

Die vorliegende Erfindung betrifft deshalb ein Verfahren zum Färben (einschließlich Bedrucken) von textilen Fasermaterialien mit wasserlöslichen Farbstoffen, insbesondere anionischen Farbstoffen, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man die Färbung unter Anwendung elektrolytarmer oder gänzlich elektrolytreier und/oder alkaliarmer oder gänzlich alkalifreier Färbeflotten (einschließlich Druckpasten) durchführt und als textiles Material ein mit einer obengenannten Silanverbindung modifiziertes Fasermaterial verwendet.

Fasermaterialien, die erfindungsgemäß modifiziert werden und erfindungsgemäß in Färbeverfahren eingesetzt werden können, sind alle die obengenannten und mit solchen Silanen modifizierten synthetischen und natürlichen Fasermaterialien. Die vorliegende Erfindung betrifft deshalb auch mit solchen Silanen modifizierte textile Fasermaterialien.

50

Silanverbindungen, die erfindungsgemäß zur Modifizierung der Fasermaterialien dienen, sind beispielsweise solche, die der allgemeinen Formel (1)

$$R^{1}$$
|
 $R^{4} - Si - R^{2}$ (1)
|
 R^{3}

entsprechen, in welcher bedeuten:

5

10

15

20

25

30

35

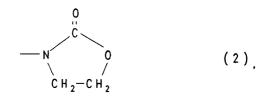
40

45

50

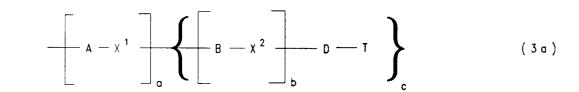
55

R¹ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Methoxy, Ethoxy und Propoxy, Halogen, wie Chlor und Brom, Hydroxy, Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen, vorzugsweise Ethoxy, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen, vorzugsweise Methoxy und Ethoxy, substituiert ist, N-Morpholino, N-Imidazolino oder eine Gruppe der Formel (2)



vorzugsweise Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen und durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiertes Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen;

R² ist eine Gruppe der allgemeinen Formel (3a) oder (3b)



worin bedeuten:

- a ist die Zahl Null oder 1;
- b ist eine ganze Zahl von Null bis 10, vorzugsweise Null oder 1 bis 5 und insbesondere Null oder 1 bis 3:
- c ist die Zahl 1 oder 2 und ist zwingend 1, falls a gleich Null ist;

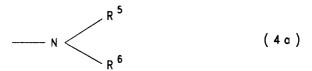
die Summe von (a + b) ist bevorzugt gleich 1 oder größer als 1,

insbesondere bevorzugt 1, 2, 3 oder 4;

A ist Alkylen von 1 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen, das durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen-alkylen, Alkylen-phenylen, Alkylen-phenylen-alkylen oder Phenylen-alkylen-phenylen, wobei die Alkylengruppen dieser Reste solche von 1 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, sind und durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein können, und die Phenylenreste durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein können;

X¹ ist im Falle Von c gleich 1 eine Gruppe der Formel -S-, -O-, -NH-oder -N(R)-, in welcher R Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, wie Methyl oder Ethyl, ist, und ist vorzugsweise eine Gruppe der Formel

- -O- oder -NH-, oder ist im Falle von c gleich 2 ein Stickstoffatom;
- B ist Cycloalkylen von 5 bis 8 C-Atomen, wie Cyclohexylen und Cyclopentylen, oder Alkylen von 1 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, insbesondere von 2 oder 3 C-Atomen, das durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfato, Sulfo oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen, das durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein kann, vorzugsweise Alkylen von 2 bis 4 C-Atomen;
- X² ist eine Gruppe der Formel -S-, -O-, -NH- oder -N(R)- mit R der obengenannten Bedeutung und vorzugsweise -O- oder -NH-;
- D ist Alkylen von 1 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen, das durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen-alkylen, Alkylen-phenylen, Alkylen-phenylen-alkylen oder Phenylen-alkylen-phenylen, wobei die Alkylengruppen dieser Reste solche von 1 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, sind und durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein können, und die Phenylenreste durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein können, oder D kann eine direkte Bindung sein, falls (a + b) nicht Null ist, und ist vorzugsweise Alkylen von 2 bis 4 C-Atomen oder eine direkte Bindung im Falle von (a + b) gleich 1 oder größer als 1;
- T ist Hydroxy, Thiol oder vorzugsweise eine Gruppe der allgemeinen Formel (4a) oder (4b), insbesondere der Formel (4a)



$$\begin{array}{c|c}
 & R^{5} \\
 & N - R^{7} \\
 & R^{6}
\end{array}$$
(+)

in welchen

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

- R⁵ Wasserstoff oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Amino, Thio oder Hydroxy substituiert sein kann, oder Carbamoyl ist, das mono- oder disubstituiert sein kann, wie beispielsweise durch Substituenten aus der Gruppe Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, Phenyl, Sulfophenyl, Cycloalkyl von 5 bis 8 C-Atomen und Alkyl von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Amino, Thio oder Hydroxy substituiert ist,
- R⁶ Wasserstoff, Phenyl, Sulfophenyl oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Methoxy, Ethoxy, Amino, Thio oder Hydroxy substituiert sein kann,
- R⁷ Wasserstoff, Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das substituiert sein kann, wie beispielsweise durch Hydroxy, Amino, Thio, Carboxy oder Sulfo, oder Alkenyl von 2 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise von 2 bis 4 C-Atomen, ist, und
- X⁽⁻⁾ ein einwertiges Anion oder ein einem einwertigen Anion äquivalenter Teil eines mehrwertigen Anions ist;
- G ist ein Rest der allgemeinen Formel (5)

in welcher D, X2, B, X1, A, a und b eine der obengenannten, insbesondere bevorzugten,

Bedeutungen haben;

 R^8

5

10

15

25

ist Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Ethoxy und Methoxy, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Ethyl und Methyl, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 2 bis 4 C-Atomen, oder Phenylen-alkyl mit einem Alkylrest von 1 bis 4 C-Atomen, wobei der Phenylenrest durch Substituenten aus der Gruppe Methyl, Ethyl, Methoxy, Ethoxy, Sulfo und Carboxy substituiert sein kann, und wobei diese Reste R⁸ noch durch eine Gruppe T der obigen Bedeutung substituiert sein können;

R⁹ hat eine der Bedeutungen von R¹ oder R³;

R³ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Propoxy, Ethoxy und Methoxy, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, wie Chlor und Brom, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Ethyl und Methyl, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 2 bis 4 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 3 bis 5 C-Atomen, oder Phenyl oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (3a) oder (3b), vorzugsweise Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (3a) oder (3b);

R⁴ hat eine der für R¹ oder R³ genannten Bedeutungen.

Der Rest der Formel (5) und der diesem in Formel (3a) entsprechende Rest der allgemeinen Formel -[A-X¹]_a-[B-X²]_b-D- ist bevorzugt ein Rest der allgemeinen Formel (6a), (6b), (6c), (6d), (6e), (6f), (6g), (6h), (6i) oder (6j), bevorzugt hiervon ein Rest der allgemeinen Formel (6c), (6d), (6e), (6f), (6h), (6i) oder (6j):

$$-(CH2)n - (CH2)m - (Ga)$$

$$-(CH_2)_n - O - (CH_2)_m - (6c)$$

$$-(CH_2)_n - O - (CH_2)_m - CH(OH) - CH_2 - (6d)$$

$$-(CH_2)_n - 0 - (CH_2)_m - (Ge)$$

$$-(CH_2)_n - NH - (CH_2)_m - (6f)$$

45 -
$$(CH_2)_n$$
 - S - $(CH_2)_m$ - (6g)

55

15 in welchen

5

n eine ganze Zahl von 1 bis 6, vorzugsweise von 2 bis 4, ist,

m eine ganze Zahl von Null bis 6, vorzugsweise von 1 bis 4, bedeutet,

k eine ganze Zahl von Null bis 4, vorzugsweise 1 oder 2, ist,

p eine ganze Zahl von 1 bis 4, vorzugsweise 2 oder 3, ist,

z eine ganze Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 5 und insbesondere 1, ist, und

alk einen geradkettigen oder verzweigten Alkylenrest von 1 bis 8 C-Atomen bedeutet, wobei der verzweigte Alkylenrest vorzugsweise ein solcher der Formel

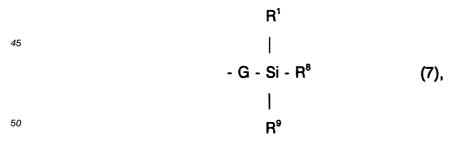
30

20

in welcher r eine ganze Zahl von 1 bis 4 ist und R* für Alkyl von 1 bis 3 C-Atomen steht.

R⁵ ist bevorzugt Wasserstoff, Alkyl von 1 bis 3 C-Atomen, wie Methyl und Ethyl, oder Cyclohexyl und insbesondere bevorzugt Wasserstoff, Methyl oder Ethyl, besonders Wasserstoff. R⁶ ist bevorzugt Wasserstoff, Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, insbesondere Methyl und Ethyl, Phenyl oder Alkyl von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Methoxy oder Ethoxy substituiert ist, hiervon weniger bevorzugt Wasserstoff. Bevorzugt stellt die Gruppe der Formel (4a) eine sekundäre Aminogruppe dar, wie insbesondere die Methylamino- oder Ethylaminogruppe.

Weitere erfindungsgemäß verwendbare Silanverbindungen sind beispielsweise polymere Silanverbindungen, wie Siloxane und Polyethylenimine, die durch mindestens einen Silanrest substiuiert sind, wie beispielsweise Polyethylenimine aus 2 bis 5 Ethylenimineinheiten, von denen 1 bis 3 Aminogruppen durch einen Rest der allgemeinen Formel (7)



in welcher G, R¹, R³ und R³ eine der obengenannten, insbesondere bevorzugten, Bedeutungen besitzen, substituiert sind, wobei G bevorzugt ein Rest der allgemeinen Formel (6a) bis (6f), (6i) und (6j) ist. Polymere Siloxane sind solche, die sich vom Disiloxan oder von solchen mit 3 bis 5 Siliciumatomen ableiten, wobei die Siliciumatome durch die Reste R¹, R² und R³ substituiert sind, wobei bevorzugt der Rest R² jeweils an den endständigen Siliciumatomen gebunden ist.

Die für die obigen Formelreste erwähnten Alkyl-, Alkenyl- und Alkylenreste können geradkettig oder

verzweigt sein. Die einzelnen Formelreste können, im Rahmen ihrer gegebenen Bedeutung, zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen.

An das Siliciumatom gebundene hydrolysierfähige Substituenten sind beispielsweise Wasserstoffatome, Halogenatome, Alkoxy-, Phenoxy-, Amino- und Amidreste, wie beispielsweise solche, die anfangs für den Formelrest R¹ genannt sind. Bevorzugt hiervon sind Alkoxyreste.

Die erfindungsgemäß verwendeten Silanverbindungen sind zahlreich in der Literatur beschrieben und teilweise im Handel erhältlich. Als Species nicht bekannte Silanverbindungen können analog den Verfahrensweisen der Herstellung der bekannten Silanverbindungen, wie beispielsweise analog den Angaben der deutschen Patentschrift Nr. 1 186 061, synthetisiert werden. Von den erfindungsgemäß verwendbaren neuen Silanverbindungen entsprechend der allgemeinen Formel (1) sind insbesondere diejenigen hervorzuheben, die eine sekundäre Aminogruppe enthalten und die der allgemeinen Formel (8)

entsprechen, in welcher

15

20

25

30

40

45

50

55

 T^1

R¹ eine der obengenannten Bedeutungen besitzt,

R¹² eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) oder (9b)

$$- \text{ olk} - \text{ (CH}_2)_k - \text{ o} - \text{ (CH}_2)_n - \text{ T}^1$$
 (9a)

$$-- (CH2)n --- (CH2)p --- T1 (9b)$$

ist, in welchen

n eine ganze Zahl von 1 bis 6, vorzugsweise von 2 bis 4, ist,

m eine ganze Zahl von Null bis 6, vorzugsweise von 1 bis 4, bedeutet,

k eine ganze Zahl von Null bis 4, vorzugsweise 1 oder 2, ist,

p eine ganze Zahl von 1 bis 4, vorzugsweise 2 oder 3, ist,

z eine ganze Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 5 und insbesondere 1, ist, und

alk einen geradkettigen oder verzweigten Alkylenrest von 1 bis 8 C-Atomen bedeutet, wobei der verzweigte Alkylenrest vorzugsweise ein solcher der Formel

ist, in welcher r eine ganze Zahl von 1 bis 4 ist und R* für Alkyl von 1 bis 3 C-Atomen steht, und eine Aminogruppe der allgemeinen Formel (4c)

5

10

15

20

25

ist, in welcher

R Wasserstoff oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Amino, Thio oder Hydroxy substituiert sein kann, oder Carbamoyl ist, das mono- oder disubstituiert sein kann, wie beispielsweise durch Substituenten aus der Gruppe Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, Phenyl, Sulfophenyl, Cycloalkyl von 5 bis 8 C-Atomen und Alkyl von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Amino, Thio oder Hydroxy substituiert ist, und bevorzugt Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, wie Methyl und Ethyl, ist;

R¹³ Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Propoxy, Ethoxy und Methoxy, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, wie Chlor und Brom, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Ethyl und Methyl, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 2 bis 4 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 3 bis 5 C-Atomen, oder Phenyl oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) oder (9b) ist und vorzugsweise Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen, durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiertes Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) oder (9b) bedeutet, und

R¹⁴ eine der für R¹ und R¹³ genannten Bedeutungen hat.

Die vorliegende Erfindung betrifft dementsprechend auch diese neuen Silanverbindungen der allgemeinen Formel (8), deren Herstellung und, wie bereits anfangs angegeben, deren Verwendung zum Modifizieren von Fasermaterial.

Analog wie die anderen erfindungsgemäß verwendbaren Silanverbindungen der allgemeinen Formel (1) lassen sich die Silanverbindungen der allgemeinen Formel (8) beispielsweise erfindungsgemäß herstellen, indem man eine Verbindung der allgemeinen Formel (10)

30

35

40

R^C --- Si --- R^A (10)

in welcher

 ${f R^1}$

eine der obengenannten Bedeutungen besitzt, ein Rest der allgemeinen Formel (11a) oder (11b)

- alk + (CH₂)_k - Hal (11a)

 $- (CH_2)_n - Hal$ (11b)

ist, in welchen

alk, k und n

eine der obengenannten Bedeutungen besitzen und für ein Halogenatom, vorzugsweise Chloratom, steht,

Hal R^B

Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Propoxy, Ethoxy und Methoxy, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, wie Chlor und Brom, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 1 bis 4 C-Atomen, wie Ethyl und Methyl, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 2 bis 4 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, vorzugsweise von 3 bis 5 C-Atomen, oder Phenyl oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (11a) oder (11b) ist und

55

vorzugsweise Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen, durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiertes Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (11a) oder (11b) bedeutet, und

R^C eine der für R¹ oder R^B genannten Bedeutungen besitzt,

mit einer Verbindung der allgemeinen Formel (12a) oder (12b)

MeO -
$$(CH_2)_n$$
 - T^1 (12a)

MeO -
$$(CH_2)_p$$
 - T^1 (12b)

15

in welchen n, p und T¹ eine der obengenannten Bedeutungen besitzen und Me für eine Alkalimetall, wie Natrium und insbesondere Kalium, steht, in einem polaren, organischen, gegebenenfalls mit Wasser mischbaren Lösemittel, das gegenüber den Reaktanten, wie insbesondere Alkoholaten, inert ist, bei einer Temperatur zwischen 0 und 50°C, vorzugsweise zwischen 10 und 40°C, umsetzt.

Die Ausgangsverbindungen der allgemeinen Formel (12a) und (12b) werden in üblicher Weise hergestellt, indem man von der entsprechenden Hydroxyverbindung (Aminoalkohol) ausgeht und diesen mit dem metallischen Alkalimetall, wie Natrium und insbesondere Kalium, in an und für sich bekannter Verfahrensweise in den oben erwähnten Lösemitteln umsetzt. In der Regel erfolgt die Umsetzung bei einer Temperatur zwischen 50 und 150°C, vorzugsweise zwischen 80 und 110°C. Vorteilhaft wählt man als Lösemittel ein solches mit genügend hohem Siedepunkt, damit das Alkalimetall über seinen Schmelzpunkt erwärmt werden kann, um die Reaktionsführung zu vereinfachen und zu beschleunigen.

Hierfür geeignete Lösemittel sind insbesondere aliphatische Kohlenwasserstoffe mit einem Siedebereich von 70 bis 150° C, wie beispielsweise Heptan und Dodecan, und Gemische derselben, desweiteren aromatische Kohlenwasserstoffe, wie beispielsweise alkylsubstituierte Benzole und Naphthaline, wie insbesondere Toluol und Xylol, und desweiteren aliphatische, insbesondere cycloaliphatische, Etherverbindungen, wie beispielsweise Tetrahydrofuran.

Bei der erfindungsgemäßen Umsetzung der Verbindung der allgemeinen Formel (8) mit einer Verbindung der allgemeinen Formel (12a) oder (12b) wird das entsprechende Alkalihalogenid frei und fällt als kristallines Salz aus. Es wird nach der Umsetzung abgetrennt, beispielsweise durch Filtration, und aus dem hiervon befreiten Ansatz wird mittels fraktionierter Destillation das Lösemittel entfernt und die synthetisierte Silanverbindung gewonnen.

Erfindungsgemäß verwendbare Silanverbindungen sind beispielsweise:

 $[\gamma-(\beta'-Amino-ethoxy)-propyl]$ -trimethoxy-silan, $[\gamma-(\beta'-Aminoethyl-amino)-propyl]$ trimethoxy-silan, $[\gamma-(\beta'-Aminoethyl-amino)-propyl]$ trimethoxy-silan, $[\gamma-(\beta'-Aminoethyl-amino)-propyl]$ ethoxy)-propyl]-methyl-diethoxy-silan, $[\gamma-(\beta'-Aminoethyl-amino)-propyl]-methyl-dimethoxy-silan, 3- oder 4-$ Aminophenyl-trimethoxy-silan, [\gamma-(4-Aminophenoxy)-propyl]-trimethoxy-silan, N-[\gamma-(Trimethoxy-silyl)-propyl]-N,N-di- $(\beta'$ -aminoethyl)-amin, (γ -Aminopropyl)-trimethoxy-silan, (γ -Aminopropyl)-ethoxy-dimethyl-silan, (γ -Aminopropyl)-methyl-diethoxy-silan, N,N-Bis-[γ -(triethoxy-silyl)-propyl]-amin, $[\gamma$ -(N,N-Dimethylamino)propyl]-trimethoxy-silan, [γ -(N-Methylamino)-propyl]-trimethoxy-silan, (δ -Aminobutyl)-trimethoxy-silan, {4-[N-(\(\beta\)-aminoethyl)-amino]-methyl}-phenethyl-trimethoxy-silan, [(N-Cyclohexyl-amino)-methyl]-methyl-diethoxysilan, [γ -(N-N-Diethyl-amino)-propyl]-trimethoxy-silan, [γ -(β '-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]-methyl-diethoxysilan, $[\gamma - (\beta'-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]$ -triethoxy-silan, $[\gamma - (\beta'-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]$ -dimethylethoxy-silan, $1-\{3'-[\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl)-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl)-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl)-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, <math>2-\{4'-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, (2-(\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methylamino)-silan, (2-(\beta-(N-Meth$ Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl}-eth-2-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, $1-\{4'[\beta-(N-Methylamino)-ethoxy$ methyl]-phenyl}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, 2-{3'-[\$\(\textit{\gamma}-\text{N-Methylamino}\))-ethoxy-methyl]-phenyl}-eth-2-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan, $\{\gamma - [B' - (B'' - Aminoethyl) - aminoethyl] - propyl\}$ -trimethoxy-silan, 1,3-Di- $(\gamma - aminopro- (A'' - Aminoethyl) - aminoethyl]$ pyl)-1,1,3,3-tetramethyl-disiloxan und durch

 $[\gamma$ -(Trimethoxy-silyI)-propyI]- und/oder $[\gamma$ -(Methyl-dimethoxy-silyI)-propyI]-Gruppen substituiertes Polyethylenimin von 3 bis 5 Ethylenimineinheiten.

Die Modifizierung des textilen Fasermaterials erfolgt erfindungsgemäß in der Weise, daß man das textile Fasermaterial mit einer wäßrigen Lösung der Silanverbindung, die das Silan in einer Konzentration zwischen 0,1 und 20 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 5 bis 10 Gew.-%, enthält, in Kontakt gebracht wird. Das Aufbringen dieser Silanlösung auf das textile Fasermaterial kann durch Behandeln in der wäßrigen Färbeflotte selbst (analog einem Färbe-Ausziehverfahren) oder durch Foulardieren oder Aufsprühen erfolgen. Geschieht die Imprägnierung des Fasermaterials mit der Silanlösung durch Einbringen des Materials in diese Lösung oder durch Foulardieren (Klotzen), so wird das imprägnierte Material anschließend von überschüssiger Flotte abgequetscht, so daß die Flottenaufnahme zwischen 50 und 120 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 70 und 100 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Fasermaterials, beträgt. Das Imprägnieren erfolgt bei einer Temperatur zwischen 10 und 60 °C, vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 15

und 30°C. Wird die wäßrige Silanlösung auf das Fasermaterial durch Aufsprühen aufgebracht, so wird die Flüssigkeitsaufnahme in der Regel zwischen 10 und 50 Gew.-% gewählt.

Anschließend wird das mit der Silanlösung imprägnierte Fasermaterial getrocknet, wobei die Trocknung in der Regel gleichzeitig mit der Fixierung der Silanverbindung auf dem Fasermaterial vorgenommen wird. Vorzugsweise erfolgen Trocknung und Fixierung bei erhöhter Temperatur, beispielsweise bei einer Temperatur zwischen 100 und 230°C, bevorzugt zwischen 100 und 150°C und insbesondere zwischen 110 und 135°C, wobei diese Behandlung durch Heißluft während 2 bis 5 Minuten oder auch durch Sattdampf erfolgen kann. Die Fixierung kann aber auch durch einfaches Trocknen des aufgehängten, imprägnierten Materials in Trockenschränken erfolgen. Weiterhin ist es möglich, die Fixierung in der Weise vorzunehmen, daß man das imprägnierte Material zunächst in feuchtem Zustande, gegebenenfalls in eine Folie luftdicht verpackt, bei Raumtemperatur (15 bis 25°C) oder leicht erhöhter Temperatur (bis 40°C) zunächst bis zu 24 Stunden lagert und anschließend die Fixierung bei hoher Temperatur wie oben angegeben durchführt.

Eine Nachbehandlung des so modifizierten Textilmaterials ist in der Regel nicht erforderlich.

Das textile Fasermaterial, das sowohl erfindungsgemäß modifiziert wird als auch in der modifizierten Form in das erfindungsgemäße Färbeverfahren eingesetzt wird, kann in allen Verarbeitungszuständen, so als Garn, Flocke, Kammzug und Stückware (Gewebe), sowie in Form von Mischfasermaterialien, wie beispielsweise Baumwolle/Polyester-Fasermaterialien, wie Mischgeweben, vorliegen.

Das erfindungsgemäße Färben solchermaßen modifizierter textiler Fasermaterialien erfolgt analog den bekannten Färbeweisen und Druckverfahren zum Färben bzw. Bedrucken von Fasermaterialien mit wasserlöslichen textilen Farbstoffen, wie anionischen Farbstoffen, insbesondere faserreaktiven Farbstoffen, und unter Anwendung der hierfür bekanntermaßen eingesetzten Temperaturbereiche und üblichen Farbstoffmengen, jedoch mit der erfindungsgemäßen Ausnahme, daß für die Färbebäder, Klotzflotten und Druckpasten der erfindungsgemäßen Färbeverfahren ein Zusatz von alkalisch wirkenden Verbindungen, wie sie üblicherweise zur Fixierung von faserreaktiven Farbstoffen benutzt werden, wie beispielsweise Natriumcarbonat, Kaliumcarbonat, Natronlauge und Wasserglas, zum wesentlichen Teil oder gar gänzlich ausgeschlossen werden kann und des weiteren der übliche Zusatz an Elektrolytsalzen, die insbesondere die Migration des Farbstoffes auf der Faser erhöhen sollen, nicht oder nur in geringem Maße, d.h. bis zu höchstens 10 g pro Liter Färbebad oder Färbeflotte, erforderlich ist. Das erfindungsgemäße Färbeverfahren erfolgt demgemäß innerhalb eines pH-Bereiches zwischen 4 und 8, vorzugsweise zwischen 4,5 und 7, und insbesondere bei einem pH-Bereich zwischen 5 und 6.

Färbeverfahren, die erfindungsgemäß eingesetzt werden können, sind beispielsweise die verschiedenen Ausziehverfahren, wie das Färben auf dem Jigger und auf der Haspelkufe oder das Färben aus langer oder kurzer Flotte, das Färben in Jet-Färbemaschinen, das Färben nach dem Klotz-Kaltverweil-Verfahren oder nach einem Klotz-Heißdampf-Fixierverfahren. Beim Ausziehverfahren kann man im üblichen Flottenverhältnis von 1:3 bis 1:20 arbeiten. Die Färbetemperatur kann zwischen 30 und 90°C betragen, bevorzugt liegt sie bei einer Temperatur unterhalb 60°C; wie sich aus der oben erwähnten erfindungsgemäßen Anwendung des Klotz-Kaltverweil-Verfahrens ergibt, ist das Färben auch vorteilhaft bei Raumtemperatur (10 bis 30°C) möglich.

In den erfindungsgemäßen Färbeprozessen können darüber hinaus die üblichen Hilfsmittel, wie Tenside (Netzmittel), Harnstoff, Thioharnstoff, Thiodiethylenglykol, Verdickungsmittel und Egalisierhilfsmittel oder Hilfsmittel, die die Löslichkeit von Farbstoffen in den konzentrierten Klotzflotten verbessern, wie beispielsweise Kondensationsprodukte aus Formaldehyd und gegebenenfalls alkylsubstituierten Naphthalinsulfonsäuren, eingesetzt werden. In der Regel sind sie jedoch im erfindungsgemäßen Verfahren nicht erforderlich oder werden lediglich im Vergleich zum Stand der Technik nur in sehr geringen Mengen, nämlich in einer höchstens bis zu 20 %igen Menge derjenigen Menge benötigt, deren Einsatz bei den Verfahren des Standes der Technik erforderlich ist.

Für die erfindungsgemäße Färbeweise sind alle wasserlöslichen, vorzugsweise anionischen Farbstoffe, die bevorzugt eine oder mehrere Sulfo- und/oder Carboxygruppen besitzen und die gegebenenfalls faserreaktive Gruppen enthalten können, geeignet. Sie können außer der Klasse der faserreaktiven Farbstoffe der Klasse der Azo-Entwicklungsfarbstoffe, der Direktfarbstoffe, der Küpenfarbstoffe und der Säurefarbstoffe angehören, die beispielsweise Azofarbstoffe, Kupferkomplex-, Kobaltkomplex- und Chromkomplex-Azofarbstoffe, Kupfer- und Nickelphthalocyanin-Farbstoffe, Anthrachinon-, Kupferformazan- und Triphendioxazinfarbstoffe sein können. Solche Farbstoffe sind zahlreich in der Literatur beschrieben und dem Fachmann allseits geläufig.

Von den oben erwähnten, für das erfindungsgemäße Färbeverfahren verwendbaren Farbstoffen werden bevorzugt die faserreaktiven Farbstoffe eingesetzt. Faserreaktive Farbstoffe sind solche organischen Farbstoffe, die 1, 2, 3 oder 4 faserreaktive Reste der aliphatischen, aromatischen oder heterocyclischen Reihe enthalten. Solche Farbstoffe sind zahlreich in der Literatur beschrieben. Die Farbstoffe können den

verschiedensten Farbstoffklassen angehören, wie beispielsweise der Klasse der Monoazo-, Disazo-, Polyazo-, Metallkomplex-Azo-, wie 1:1-Kupfer-, 1:2-Chrom- und 1:2-Kobaltkomplex-Monoazo- und -Disazo-Farbstoffe, weiterhin der Reihe der Anthrachinonfarbstoffe, Kupfer- und Nickelphthalocyaninfarbstoffe, Kupferformazanfarbstoffe, Azomethin-, Nitroaryl-, Dioxazin-, Triphendioxazin-, Phenazin- und Stilbenfarbstoffe. Hierbei sind unter faserreaktiven Resten sind solche zu verstehen, die mit den Hydroxygruppen der Cellulose, den Amino-, Carboxy-, Hydroxy- und Thiolgruppen von Wolle und Seide oder mit den Amino- und eventuellen Carboxygruppen von synthetischen Polyamiden unter Bildung einer covalenten chemischen Bindung zu reagieren vermögen. Die faserreaktiven Reste können direkt oder über ein Brückenglied an den Farbstoffrest gebunden sein; vorzugsweise ist er direkt oder über eine gegebenenfalls monoalkylierte Aminogruppe, wie beispielsweise eine Gruppe der Formel -NH-, -N(CH₃)-, -N(C₂H₅)- oder -N(C₃H₇)-, oder über einen aliphatischen Rest, wie einen Methylen-, Ethylen- oder Propylen-Rest oder einen Alkylenrest von 2 bis 8 C-Atomen, der durch eine oder zwei Oxi- und/oder Aminogruppen unterbrochen sein kann, oder über ein eine Aminogruppe enthaltendes Brückenglied, wie beispielsweise eine Phenylaminogruppe, an den Farbstoffrest gebunden.

15

Faserreaktive Reste sind beispielsweise: Vinylsulfonyl, β-Chlorethylsulfonyl, β-Sulfatoethylsulfonyl, β-Acetoxy-ethylsulfonyl, β-Phosphatoethylsulfonyl, β-Thiosulfatoethylsulfonyl, N-Methyl-N-(β-sulfatoethyl-sulfonyl)-amino, Acryloyl, -CO-CCI = CH₂, -CO-CH = CH-Cl, -CO-CCI = CHCl, -CO-CCI = CH-CH₃, -CO-CBr = CH₂, -CO-CH = CH-Br, -CO-CBr = CH-CH₃, -CO-CCl = CH-COOH, -CO-CH = CCl-COOH, -CO-CBr = CH-COOH, -CO-CH = CBr-COOH, -CO-CCI = CCI-COOH, -CO-CBr = CBr-COOH, β -Chlor- oder β -Brompropionyl, 3-Phenylsulfonylpropionyl, 3-Methylsulfonylpropionyl, 3-Chlor-3-phenylsulfonylpropionyl, 2,3-Dichlorpropionyl, 2,3-Dibrompropionyl, 2-Fluor-2-chlor-3,3-difluorcyclobutan-2-carbonyl, 2,2,3,3-Tetrafluorcyclobutan-1-carbonyl oder -1-sulfonyl, β -(2,2,3,3-Tetrafluorcyclobutyl-1)acryloyl, α - oder β -Methylsulfonylacryloyl, Propiolyl, Chloracetyl, Bromacetyl, 4-(β-Chlorethyl-sulfonyl)-butyryl, 4-Vinylsulfonyl-butyryl, 5-(β-Chlorethyl-sulfonyl)valeryl, 5-Vinylsulfonyl-valeryl, 6-(β-Chlorethyl-sulfonyl)-caproyl, 6-Vinylsulfonyl-caproyl, 4-Fluor-3-nitro-benzoyl, 4-4-Fluor-3-methyl-sulfonylbenzoyl. 4-Fluor-3-cvanbenzovl. Fluor-3-nitrophenylsulfonyl. methylsulfonyl-benzoyl, 2,4-Dichlortriazinyl-6, 2,4-Dichlorpyrimidinyl-6, 2,4,5-Trichlorpyrimidinyl-6, 2,4-Dichlor-5-nitro- oder 5-methyl- oder -5-carboxymethyl- oder -5-carboxy- oder -5-cyano- oder -5-vinyl- oder -5-sulfo- oder -5-mono-, -di- oder -trichlormethyl- oder -5-methylsulfonyl-pyrimidinyl-6, 2,5-Dichlor-4methylsulfonyl-pyrimidinyl-6, 2-Fluor-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-5-chlor-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5,6-dichlor-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-5-methyl-4-pyrimidinyl, 2,5-Difluor-6-methyl-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-methyl-chlor-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-nitro-6-chlor-4-pyrimidinyl, 5-Brom-2-fluor-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-cyan-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-methyl-pyrimidinyl, 2,5,6-Trifluor-4-pyrimidinyl, 5-Chlor-6-chlormethyl-2-fluor-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-5-brom-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-brom-6-chlor-methyl-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-5-chlormethyl-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-5-nitro-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-6-methyl-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-chlor-6-methyl-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-chlor-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-6-chlor-4-pyrimidinyl, 6-Trifluormethyl-5-chlor-2-fluor-4-pyrimidinyl, 6-Trifluormethyl-2-fluor-4-pyrimidinyl, 6-Trifluormethyl-2-fluor-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-nitro-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-trifluormethyl-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-phenyl- oder -5-methylsulfonyl-4pyrimidinyl, 2-Fluor-5-carbonamido-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-carbomethoxy-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-brom-6trifluormethyl-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-6-carbonamido-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-6-carbomethoxy-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-phenyl-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-6-cyan-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-5-methylsulfonyl-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5sulfonamido-4-pyrimidinyl, 2-Fluor-5-chlor-6-carbomethoxy-4-pyrimidinyl, 2,6-Difluor-5-trifluormethyl-4-pyrimidinyl, 2,4-Bis-(methylsulfonyl)-pyrimidinyl-4, 2,5-Bis-(methyl-sulfonyl)-5-chlor-pyrimidinyl-4, Methylsulfonylpyrimidinyl-4, 2-Phenylsulfonyl-pyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-5-chlor-6-methyl-pyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-5-brom-6-methylpyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-5-chlor-6-ethyl-pyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-5-nitro-6-methyl-pyrimidinyl-4, Methylsulfonyl-5-chlor-methyl-pyrimidinyl-4, methylsulfonyl-pyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-5,6-dimethyl-pyrimidinyl-4, 2-Ethylsulfonyl-5-chlor-6methylpyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-6-chlorpyrimidinyl-4, 2,6-Bis-(methylsulfonyl)-5-chlor-pyrimidinyl-4, 2-2-Methylsulfonyl-5-sulfopyrimidinyl-4, Methylsulfonyl-6-carboxy-pyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-6carbomethoxy-pyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-5-carboxy-pyrimidinyl-4, 2-Methylsulfonyl-5-cyan-6-methoxy-2-Methylsulfonyl-5-chlor-pyrimidinyl-4, 2-Sulfoethylsulfonyl-6-methylpyrimidinyl-4, Methylsulfonyl-5-brom-pyrimidinyl-4, 2-Phenylsulfonyl-5-chlor-pyrimidinyl-4, 2-Carboxymethylsulfonyl-5-chl or-6-methyl-pyrimidinyl-4, 2,4-Dichlorpyrimidin-6-carbonyl oder -6-sulfonyl, 2,4-Dichlorpyrimidin-5-carbonyl oder -5-sulfonyl, 2-Chlor-4-methylpyrimidin-5-carbonyl, 2-Methyl-4-chlorpyrimidin-5-carbonyl, 2-Methylthio-4-fluorpyrimidin-5-carbonyl, 6-Methyl-2,4-dichlorpyrimidin-5-carbonyl, 2,4,6-Trichlorpyrimidin-5-carbonyl, 2,4-Dichlorpyrimidin-5-sulfonyl, 2,4-Dichlor-6-methyl-pyrimidin-5-carbonyl oder -5-sulfonyl, 2-Methylsulfonyl-6-chlorpyrimidin-4- und -5-carbonyl, 2,6-Bis-(methylsulfonyl)-pyrimidin-4- oder -5-carbonyl, 2-Ethylsulfonyl-6-chlorpyrimidin-5-carbonyl, 2,4-Bis-(methylsulfonyl)-pyrimidin-5-sulfonyl, 2-Methylsulfonyl-4-chlor-6methylpyrimidin-5-sulfonyl- oder -5-carbonyl, 2-Chlorchinoxalin-3-carbonyl, 2- oder 3-Monochlorchinoxalin-6-

carbonyl, 2- oder 3-Monochlorchinoxalin-6-sulfonyl, 2,3-Dichlorchinoxalin-5- oder -6-carbonyl, 2,3-Dichlorchinoxalin-5oder -6-sulfonyl, 1,4-Dichlorphthalazin-6-sulfonyl--6-carbonyl, Dichlorchinazolin-7- oder -6-sulfonyl- oder -carbonyl, 2,4,6-Trichlorchinazolin-7- oder -8-sulfonyl, 2- oder 3oder 4-(4',5'-Dichlor-pyridazon-6'-yl-1')-phenylsulfonyl oder -carbonyl, β -(4',5'-Dichlor-pyridazinon-6'-yl-1')propionyl, 3,6-Dichlorpyridazin-4-carbonyl oder -4-sulfonyl, 2-Chlorbenzthiazol-5- oder -6-carbonyl oder -5oder -6-sulfonyl, 2-Arylsulfonyl- oder 2-Alkylsulfonylbenzthiazol-5- oder -6-carbonyl oder -5- oder -6sulfonyl, wie 2-Methylsulfonyl- oder 2-Ethylsulfonylbenzthiazol-5- oder -6-sulfonyl oder -carbonyl, 2-Phenylsulfonyl-benzthiazol-5- oder -6-sulfonyl oder -carbonyl und die entsprechenden im ankondensierten Benzolring Sulfogruppen enthaltenden 2-Sulfonylbenzthiazol-5- oder -6-carbonyl- oder -sulfonyl-Derivate, 2-Chlorbenzoxazol-5- oder -6-carbonyl- oder -sulfonyl, 2-Chlorbenzimidazol-5- oder -6-carbonyl oder -sulfonyl, 2-Chlor-1-methylbenzimidazol-5- oder -6-carbonyl oder -sulfonyl, 2-Chlor-4-methylthiazol-(1,3)-5-carbonyl) oder -4- oder -5-sulfonyl; ammoniumgruppenhaltige Triazinringe, wie 2-Trimethylammonium-4-phenylaminound -4-(o-, m- oder p-Sulfophenyl)-amino-triazinyl-6, 2-(1,1-Dimethylhydrazinium)-4-phenylamino- und -4-(o-, m- oder p-Sulfophenyl)-aminotriazinyl-6, 2-(2-Isopropyliden-1,1-dimethyl)hydrazinium-4-phenylamino- und -4-(o-, m- oder p-Sulfophenyl)-aminotriazinyl-6, 2-N-Aminopyrrolidinium- oder 2-N-Aminopiperidinium-4oder p-Sulfophenyl)-aminotriazinyl-6, phenylamino-oder -4-(o-, m-4-Phenylamino-(Sulfophenylamino)-triazinyl-6, die in 2-Stellung über eine Stickstoffbindung das 1,4-Bis-aza-bicyclo[2,2,2]octan oder das 1,2-Bis-aza-bicyclo-[0,3,3]-octan quartär gebunden enthalten, 2-Pyridinium-4-phenylaminooder 4-(o-, m- oder p-Sulfophenyl)-amino-triazinyl-6 sowie entsprechende 2-Oniumtriazinyl-6-Reste, die in 4-Stellung durch Alkylamino, wie Methylamino, Ethylamino oder \(\beta\)-Hydroxyethylamino, oder Alkoxy, wie Methoxy oder Ethoxy, oder Aryloxy, wie Phenoxy oder Sulfophenoxy, substituiert sind. Besonders interessante faserreaktive Reste sind Fluor- und Chlor-1,3,5-triazinreste der Formel (13)

30

25

in welcher Hal Chlor oder Fluor ist und Q eine Amino-, Alkylamino-, N,N-Dialkylamino-, Cycloalkylamino-, N,N-Dicycloalkylamino-, Aralkylamino-, Arylamino-, N-Alkyl-N-cyclohexylamino-, N-Alkyl-N-arylaminogruppe oder eine Aminogruppe bedeutet, die einen heterocyclischen Rest enthält, welcher einen weiteren ankondensierten carbocyclischen Ring aufweisen kann, oder Aminogruppen, worin das Aminostickstoffatom Glied eines N-heterocyclischen Ringes ist, der gegebenenfalls weitere Heteroatome enthält, sowie Hydrazino- und Semicarbazidogruppen, wobei die genannten Alkylreste geradkettig oder verzweigt und niedrigmolekular und höhermolekular sein können, bevorzugt solche mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen sind. Als Cycloalkyl-, Aralkyl- und Arylreste kommen insbesondere Cyclohexyl-, Benzyl-, Phenethyl-, Phenyl- und Naphthylreste in Frage; heterocyclische Reste sind vor allem Furan-, Thiophen-, Pyrazol-, Pyridin-, Pyrimidin-, Chinolin-, Benzimidazol-, Benzthiazol- und Benzoxazolreste. Als Aminogruppen, worin das Aminostickstoffatom Glied eines N-heterocyclischen Ringes ist, kommen vorzugsweise Reste von sechsgliedrigen N-heterocyclischen Verbindungen in Betracht, die als weitere Heteroatome Stickstoff, Sauerstoff oder Schwefel enthalten können. Die oben genannten Alkyl-, Cycloalkyl-, Aralkyl- und Arylreste, die heterocyclischen Reste sowie die N-heterocyclischen Ringe können zusätzlich substituiert sein, z.B. durch Halogen, wie Fluor, Chlor und Brom, Nitro, Cyan, Trifluormethyl, Sulfamoyl, Carbamoyl, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Acylaminogruppen, wie Acetylamino oder Benzoylamino, Ureido, Hydroxy, Carboxy, Sulfomethyl oder Sulfo. Als Beispiele für derartige Aminogruppen seien genannt: -NH2, Methylamino, Ethylamino, Propylamino, Isopropylamino, Butylamino, Hexylamino, β -Methoxyethylamino, γ -Methoxypropylamino, β -Ethoxyethylamino, N,N-Dimethylamino, N,N-Diethylamino, β -Chlorethylamino, β -Cyanethylamino, γ -Cyanpropylamino, β -Carboxyethylamino no, Sulfomethylamino, β -Sulfoethylamino, β -Hydroxyethylamino,N,N-Di- β -hydroxyethylamino, γ -Hydroxypropylamino, Benzylamino, Phenethylamino, Cyclohexylamino, Phenylamino, Toluidino, Xylidino, Chloranilino, Anisidino, Phenetidino, N-Methyl-N-phenylamino, N-Ethyl-N-phenylamino, N-β-Hydroxyethyl-N-phenylamino, 2-, 3- oder 4-Sulfoanilino, 2,5-Disulfoanilino, 4-Sulfomethylanilino, N-Sulfomethylanilino, 2-, 3- oder 4-Carboxyphenylamino, 2-Carboxy-5-sulfophenylamino, 2-Carboxy-4-sulfophenylamino, 4-Sulfonaphthyl-(1)amino, 3,6-Disulfonaphthyl-(1)-amino, 3,6,8-Trisulfonaphthyl-(1)-amino, 4,6,8-Trisulfonaphthyl-(1)-amino, 1-Sulfonaphthyl-(2)-amino, 1,5-Disulfonaphthyl-(2)-amino, 6-Sulfonaphthyl-(2)-amino, Morpholino, Piperidino, Piperazino, Hydrazino und Semicarbazido.

Weiterhin kann Q ein Aminorest der allgemeinen Formel -NR²⁰ R²¹ sein, in welcher R²⁰ Wasserstoff oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, wie Methyl oder Ethyl, ist und R²¹ Phenyl bedeutet, das durch einen faserreaktiven Rest der Vinylsulfonreihe direkt oder über eine Methylamino-, Ethylamino-, Methylen-, Ethylen- oder Propylengruppe substituiert ist und das noch durch 1 oder 2 Substituenten aus der Gruppe Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Chlor, Carboxy und Sulfo substituiert sein kann, oder R²¹ Alkyl von 2 bis 4 C-Atomen ist, wie Ethyl oder n-Propyl, das durch eine faserreaktive Gruppe der Vinylsulfonreihe substituiert ist, oder Alkylenphenyl mit einem Alkylenrest von 1 bis 4 C-Atomen ist, dessen Phenyl durch einen faserreaktiven Rest der Vinylsulfonreihe substituiert ist, oder in welcher R²⁰ und R²¹ beide Alkyl von 2 bis 4 C-Atomen, wie Ethyl und n-Propyl, sind, die durch eine faserreaktive Gruppe der Vinylsulfonreihe substituiert sind, oder in welcher R²⁰ und R²¹ beide Alkylen von 3 bis 8 C-Atomen bedeuten, die durch 1 oder 2 Oxi- und/oder Aminogruppen unterbrochen sind und an die endständig eine faserreaktive Gruppe der Vinylsulfonreihe gebunden ist.

Faserreaktive Gruppen der Vinylsulfonreihe sind solche der allgemeinen Formel - SO_2 -Y, in welcher Y Vinyl bedeutet oder Ethyl ist, das in β -Stellung durch einen alkalisch eliminierbaren Substituenten substituiert ist, wie beispielsweise durch Chlor, Sulfato, Phosphato, Thiosulfato, Acetyloxy, Sulfobenzoyloxy und Dimethylamino.

Die in erfindungsgemäßer Weise erhältlichen Färbungen der modifizierten Cellulosefasermaterialien benötigen nach der Entnahme aus dem Färbebad bzw. nach Beendigung der Fixierung des Farbstoffes auf dem Substrat keine weitere Nachbehandlung, insbesondere keinen aufwendigen Nachbehandlungsprozeß unter Einbeziehung einer Wäsche. In der Regel genügt ein übliches ein- oder mehrmaliges Spülen des gefärbten Substrates mit warmem oder heißem und gegebenenfalls kaltem Wasser, gegebenenfalls unter Verwendung eines nichtionogenen Netzmittels. Eine Kochendbehandlung des gefärbten Substrates mit einer Waschlösung zur Verbesserung der Echtheitseigenschaften ist nicht erforderlich.

Die nachstehenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die darin genannten Teile sind Gewichtsteile, die Prozentangaben stellen Gewichtsprozente dar, sofern nicht anders vermerkt. Gewichtsteile beziehen sich zu Volumenteilen wie Kilogramm zu Liter.

Beispiel A

30

40

45

55

67,9 Teile N-Methylamino-ethanol gibt man langsam zu 35,2 Teilen Kalium in 1000 Vol.-Teilen Tetrahydrofuran, wobei man die exotherme Reaktion durch Außenkühlung auf einer Temperatur zwischen 30 und 40 °C hält. Anschließend erhitzt man den Ansatz am Rückfluß bis zur vollständigen Umsetzung des Kaliums (etwa 5 Stunden). Danach kühlt man den Ansatz auf etwa 20 °C ab und gibt 190,3 Teile γ -Chlorpropyl-(methyl)-(diethoxy)-silan hinzu, wobei man die Reaktionstemperatur erforderlichenfalls unter 40 °C durch Außenkühlung hält. Nach erfolgter Umsetzung wird das ausgefallene Kaliumchlorid abfiltriert und das Filtrat durch Destillation von Tetrahydrofuran befreit. Das Produkt wird danach einer Vakuumdestillation unterworfen. Die erfindungsgemäße Verbindung [γ -(β '-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]-methyl-dietho xy-silan der Formel

$$0 - C_2H_5$$
 CH_3 $CH_3 - Si - (CH_2)_3 - 0 - CH_2 - CH_2 - N - H$ $0 - C_2H_5$

wird in einem Siedebereich zwischen 95 und 120°C bei 5°10⁻² mbar abgetrennt.

1H-NMR-Analyse:

```
\delta = 0,06 ppm (CH<sub>2</sub>), 0,11 ppm (Si-CH<sub>3</sub>), 1,25 ppm (2xCH<sub>3</sub>), 1,62 ppm (CH<sub>2</sub>), 2,43 ppm (N-CH<sub>3</sub>), 2,68 ppm (CH<sub>2</sub>), 3,39 ppm (CH<sub>2</sub>), 3,43 ppm (CH<sub>2</sub>), 3,56 ppm (2xCH<sub>2</sub>).
```

Neben diesen dominanten Signalen treten Resonanzen mit praktisch identischer Verschiebung auf, und zwar in einem summarischen Anteil von etwa 20 %. Aus massenspektrometrischer Analyse sind diese polymeren Ethern entsprechend einer allgemeinen Formel

in welcher s eine Zahl von 1 bis 4 bedeutet, zuzuordnen.

Beispiel B

5

10

15

20

25

30

35

40

45

Zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Silanverbindung verfährt man gemäß der Verfahrensweise des Beispieles A, setzt jedoch anstelle der γ -Chlorpropyl-methyl-diethoxy-silan-Verbindung die äquivalente Menge an γ -Chlorpropyl-triethoxy-silan ein. Man gewinnt das erfindungsgemäße [γ -(β '-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]-triethoxy-silan der Formel

durch fraktionierte Destillation bei einem Siedebereich zwischen 104 und 118°C bei 5°10⁻² mbar.

Beispiel C

Zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Silanverbindung verfährt man gemäß der Verfahrensweise des Beispieles A, setzt jedoch anstelle der γ -Chlorpropyl-methyl-diethoxy-silan-Verbindung die äquivalente Menge an (γ -Chlorpropyl)-(dimethyl)-(ethoxy)-silan ein. Man gewinnt die erfindungsgemäße Verbindung [γ -(β '-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]-(dimethyl)-(ethoxy)-silan der Formel

50 durch fraktionierte Destillation bei einem Siedebereich zwischen 90 und 105°C bei 5°10⁻² mbar.

Beispiel D

36,7 Teile N-Methylamino-ethanol gibt man langsam zu 20,1 Teilen Kalium in 700 Vol.-Teilen Tetrahydrofuran, wobei man die exotherme Reaktion durch Außenkühlung auf einer Temperatur zwischen 30 und 40°C hält. Anschließend erhitzt man den Ansatz am Rückfluß bis zur vollständigen Umsetzung des Kaliums (etwa 5 Stunden) und gibt danach bei einer Temperatur zwischen 20 und 35°C 147,7 Teile eines Gemisches (im Verhältnis der meta-/para-Isomeren von etwa 70:30) von [3'- und 4'-Chlormethyl-phenyl-1-

und -2-ethyl]-methyl-diethoxy-silan hinzu. Nach erfolgter Umsetzung wird das ausgefallene Kaliumchlorid abfiltriert und das Filtrat durch Destillation von Tetrahydrofuran befreit. Das Produkt wird danach einer Vakuumdestillation unterworfen. Die als Gemisch erhaltenen erfindungsgemäßen Verbindungen, die den Formeln

5

10

15

20

entsprechen, werden in einem Siedebereich zwischen 165°C und 200°C/10 mbar abgetrennt, wobei sich für die vier einzelnen Verbindungen folgende Fraktionen ergeben:

1-{3'[β-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan: Kdp.: 165 ° C/10 mbar

25 ;

30

 $1-\{4'-[\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-1-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan: Kdp.: 174 ° C/10 mbar ;$

 $2-\{3'-[\beta-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl\}-eth-2-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan: Kdp.: 185 ° C/10 mbar :$

2-{4'-[β-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenyl}-eth-2-yl-(diethoxy)-(methyl)-silan: Kdp.: 197° C/10 mbar.

Beispiel 1

35 a

a) Ein Gewebe aus mercerisierter und gebleichter Baumwolle wird mit einer 25 bis 30 °C warmen wäßrigen Lösung von 80 Teilen [γ -(β '-Amino-ethoxy)-propyl]-trimethoxy-silan in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt ist, mit einer Flottenaufnahme von 72 % imprägniert. Anschließend wird das Material während 5 Minuten mit Heißluft von 130 °C getrocknet und die Silanverbindung gleichzeitig auf dem Material fixiert.

b) Das so modifizierte Baumwollgewebe wird analog einem üblichen Ausziehfärbeverfahren gefärbt: 100 Teile des modifizierten Gewebes werden in 2000 Vol.-Teile einer wäßrigen Farbstofflösung gegeben, die 2 Teile eines 50 %igen elektrolythaltigen (vorwiegend natriumchloridhaltigen) Farbstoffpulvers des bekannten Farbstoffes der Formel

45

40

50

55

in Form des Alkalimetallsalzes (d.h. 1 Teil dieses Farbstoffes und 1 Teil des Elektrolyts) gelöst enthält, das Färbebad wird innerhalb von 30 Minuten auf 60°C geheizt, und der Färbeprozess wird bei dieser Temperatur 60 Minuten weitergeführt. Anschließend wird das gefärbte Gewebe mit kaltem und mit heißem Wasser gespült, wobei das heiße Wasser ein handelsübliches Netzmittel enthalten kann, gegebenenfalls nochmals mit kaltem Wasser gespült und getrocknet.

Es wird eine farbstarke, gleichmäßig gefärbte orange Färbung erhalten, die gute Allgemeinechtheiten besitzt.

Beispiel 2

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

a) Ein mercerisiertes und gebleichtes Baumwollgewebe wird mit einer wäßrigen Lösung von 50 Teilen $[\gamma-(\beta'-\text{Aminoethyl-amino})-\text{propyl}]$ -trimethoxy-silan in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt ist, bei einer Temperatur von 25 bis 30°C mit einer Flottenaufnahme von 72 % geklotzt. Anschließend erfolgt die Fixierung der Silanverbindung auf der Baumwolle und die gleichzeitige Trocknung des geklotzten Gewebes durch etwa fünfminütige Behandlung mit Heißluft von 130°C.

b) Das so modifizierte Baumwollgewebe wird sodann gemäß einem Klotz-Kaltverweil-Färbeverfahren gefärbt. Hierzu wird eine wäßrige Farbstofflösung, die in 1000 Vol.-Teilen 20 Teile des in Beispiel 1 beschriebenen Farbstoffpulvers, 100 Teile Harnstoff und 3 Teile eines handelsüblichen nichtionogenen Benetzungsmittels gelöst enthält, mittels eines Foulards mit einer Flottenaufnahme von 80 %, bezogen auf das Gewicht des Gewebes, bei 25°C auf das Gewebe aufgebracht. Das mit der Farbstofflösung geklotzte Gewebe wird auf eine Docke aufgewickelt, in eine Plastikfolie gehüllt und während 16 Stunden bei 20 bis 25°C liegen lassen und danach mit kaltem und mit heißem Wasser, das gegebenenfalls ein handelsübliches Netzmittel enthalten kann, und gegebenenfalls anschließend nochmals mit kaltem Wasser gespült und getrocknet.

Es wird eine farbstarke, gleichmäßig gefärbte orange Färbung erhalten, die gute Allgemeinechtheiten besitzt.

Beispiel 3

a) Ein Gewebe aus einer handelsüblichen Polyacrylfaser wird mit einer Flottenaufnahme von 84 %, bezogen auf das Gewicht des Fasermaterials, mit einer wäßrigen Lösung von 50 Teilen [β -(γ '-Aminopropyl-amino)-ethyl]-trimethoxy-silan in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt ist, geklotzt. Das geklotzte Gewebe wird danach 5 Minuten einer Temperatur von 100°C ausgesetzt, wobei sowohl die Fixierung der Silanverbindung auf dem Material als auch die Trocknung des Materials erfolgt.

b) Das so modifizierte Gewebe wird gemäß einem üblichen Klotzverfahren, beispielsweise analog der Verfahrensweise des Beispieles 2b, gefärbt. Hierzu wird eine wäßrige Färbeflotte, die in 1000 Vol.-Teilen 28 Teile eines 50 %igen elektrolythaltigen (vorwiegend natriumchloridhaltigen) Farbstoffpulvers des aus Beispiel 1 der Europäischen Patentschrift Nr. 0 032 187 bekannten Farbstoffes der Formel

100 Teile Harnstoff und 3 Teile eines handelsüblichen nichtionogenen Benetzungsmittel gelöst enthält, mittels eines Foulards mit einer Flottenaufnahme von 80 %, bezogen auf das Gewicht des Gewebes, bei 20°C auf das Gewebe aufgebracht. Das geklotzte Gewebe wird sodann auf eine Docke aufgewickelt, in eine Plastikfolie gehüllt und während 16 Stunden bei 20°C liegen lassen und anschließend mit kaltem und mit heißem Wasser, das gegebenenfalls ein handelsübliches nichtionogenes Tensid enthalten kann, und gegebenenfalls nochmals mit kaltem Wasser gewaschen und getrocknet.

Es wird eine farbstarke, gleichmäßig gefärbte rote Färbung mit den üblichen guten Echtheiten erhalten.

Beispiel 4

- a) Ein Gewebe aus handelsüblicher reiner Seide wird mit der im Beispiel 3 angegebenen Silanlösung mit einer Flottenaufnahme von 80 % imprägniert und anschließend bei 120°C während 3 Minuten getrocknet, wobei gleichzeitig die Fixierung der Silanverbindung auf der Seidenfaser erfolgt.
- b) Das so modifizierte Material wird in einem üblichen Ausziehverfahren gefärbt. Hierzu gibt man 10 Teile dieses Materials in 200 Vol.-Teile einer wäßrigen Farbstofflösung, die 0,2 Teile eines 50%igen elektrolythaltigen Farbstoffpulvers des bekannten Farbstoffes der Formel

20

5

10

15

gelöst enthält. Die Färbung erfolgt während 30 Minuten bei 30°C. Das gefärbte Gewebe wird anschließend mit kaltem und mit warmem Wasser von 30 bis 35°C, das gegebenenfalls ein handelsübliches nichtionogenes Tensid enthalten kann, gespült, danach gegebenenfalls nochmals mit kaltem Wasser gewaschen und getrocknet.

Man erhält eine farbstarke blaue Färbung, die bezüglich der Echtheitseigenschaften und ihrer anderen Qualitäten Färbungen gleicht, die unter den üblichen Färbeweisen des Standes der Technik erhalten werden.

Beispiel 5

30

35

40

45

50

55

25

- a) Ein Gewebe aus einer handelsüblichen Polyester-Stapelfaser wird gemäß den Angaben des Beispieles 1 mit der dortigen wäßrigen Lösung der Silanverbindung mit einer Flottenaufnahme von 95% geklotzt. Die Trocknung des Materials und Fixierung der Silanverbindung auf dem Material erfolgt anschließend während 5 Minuten bei 130°C.
- b) Das so modifizierte Polyestergewebe wird sodann in einem Ausziehverfahren gefärbt. Hierzu ist es nicht erforderlich, wie gemäß dem Stand der Technik zum Färben von Polyesterfasern üblich, hohe Färbetemperaturen einzusetzen, und die Färbung des modifizierten Polyestergewebes kann erfindungsgemäß mit einem anionischen Farbstoff erfolgen:
 - 100 Teile des modifizierten Polyestergewebes werden in 2000 Volumenteile einer wäßrigen Farbstofflösung gegeben, die 2 Teile des im Beispiel 4 beschriebenen Farbstoffpulvers des dort angegebenen blauen Anthrachinonfarbstoffes gelöst enthält. Das Färbebad wird während 30 Minuten auf 60°C erwärmt und der Färbeprozeß noch während 30 Minuten bei dieser Temperatur zu Ende geführt. Die aus dem Färbebad entnommene Färbung wird anschließend mit kaltem und mit heißem Wasser, das gegebenenfalls ein handelsübliches nichtionogenes Tensid enthalten kann, gespült, gegebenenfalls anschließend nochmals mit warmen und kaltem Wasser gespült und getrocknet. Es wird eine farbstarke, blaue, egale Färbung mit hohen Echtheitseigenschaften erhalten.

Beispiel 6

- a) Ein Gewebe aus mercerisierter und gebleichter Baumwolle wird mit einer 25 bis 30°C warmen wäßrigen Lösung von 80 Teilen [γ-(β'-Amino-ethoxy)-propyl]-methyl-diethoxy-silan in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt ist, mit einer Flottenaufnahme von 72 % imprägniert. Anschließend wird das Material während 5 Minuten mit Heißluft von 130°C getrocknet und die Silanverbindung gleichzeitig auf dem Material fixiert.
- b) Das so modifizierte Baumwollgewebe wird in der im Beispiel 1b) beschriebenen Verfahrensweise mit dem dort angegeben Azofarbstoff gefärbt. Es wird eine farbstarke, gleichmäßig gefärbte orange Färbung erhalten, die gute allgemeine Echtheiten besitzt.

Beispiel 7

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

a) Ein Gewebe aus einer handelsüblichen Polyacrylfaser wird mit einer Flottenaufnahme von 84 %, bezogen auf das Gewicht des Fasermaterials, mit einer wäßrigen Lösung von 50 Teilen [γ -(β '-Aminoethyl-amino)-propyl]-trimethoxy-silan in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt ist, geklotzt. Das geklotzte Gewebe wird danach 5 Minuten einer Temperaturvon 100°C ausgesetzt, wobei sowohl die Fixierung der Silanverbindung auf dem Material als auch die Trocknung des Materials erfolgt.

b) Das so modifizierte Gewebe wird gemäß einem üblichen Klotzverfahren, beispielsweise gemäß den Angaben des Beispieles 3b) mit dem dort angegeben Azofarbstoff, gefärbt. Es wird eine farbstarke, gleichmäßig gefärbte rote Färbung mit den üblichen guten Echtheiten erhalten.

Beispiel 8

a) Ein Gewebe aus mercerisierter und gebleichter Baumwolle wird mit einer Lösung von 80 Teilen [γ-(β'-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]-methyl-diethoxy-silan (Beispiel A) in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt wurde, mit einer Flottenaufnahme von 70 %, bezogen auf das Gewicht der Baumwolle, imprägniert. Das mit dieser Lösung imprägnierte Gewebe wird sodann während 5 Minuten einem Heißluftstrom von 130 °C ausgesetzt.

b) 100 Teile des gemäß Abschnitt a) erhaltenen modifizierten Baumwollgewebes werden in 2000 Teile einer wäßrigen Lösung mit etwa 1 Teil des bekannten Monoazofarbstoffes der Formel

$$SO_{2}$$

$$COONa$$

$$CH_{2}-CH_{2}-OSO_{3}Na$$

gegeben. Man erwärmt das Färbebad innerhalb von 30 Minuten auf 60°C und führt den Färbeprozeß bei dieser Temperatur während 60 Minuten fort. Das gefärbte Gewebe wird danach aus dem Bad entnommen und zunächst mit kaltem, sodann mit warmem Wasser von 30 bis 35°C, das gegebenenfalls ein handelsübliches nichtionigenes Tensid enthält, und anschließend nochmals mit kaltem Wasser gespült und getrocknet.

Man erhält eine farbstarke gelbe Färbung mit guten Echtheitseigenschaften, hoher Farbstärke und einem gleichmäßigen Warenbild; die Färbung entspricht in ihrer Qualität den Färbungen, die mit diesem Farbstoff nach den Färbeweisen des Standes der Technik erhalten werden.

Beispiel 9

a) Ein Gewebe aus einer handelsüblichen mercerisierten Baumwollfaser wird mit einer Lösung von 80 Teilen [γ -(β '-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]-triethoxy-silan in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt wurde, mit einer Flottenaufnahme von 80 % geklotzt. Das imprägnierte Gewebe wird anschließend 3 Minuten einem Heißluftstrom von 130 °C ausgesetzt, wobei sowohl die Fixierung der Silanverbindung auf dem Fasermaterial als auch die Trocknung des Materials selbst erfolgt.

b) Das gemäß Abschnitt a) modifizierte Baumwollgewebe wird mit einer Lösung von 20°C aus 28 Teilen des aus dem Beispiel 1 der Europäischen Patentschrift Nr. 0 032 187 bekannten Monoazofarbstoffes in 1000 Teilen Wasser mittels eines Foulards mit einer Flottenaufnahme von 80 % geklotzt, anschließend auf eine Docke aufgewickelt, in eine Plastikfolie gehüllt und während vier Stunden bei 25°C liegen gelassen. Anschließend wird das gefärbte Gewebe mit kaltem und mit heißem Wasser, das gegebenenfalls ein nicht-ionogenes Tensid enthält, gewaschen, anschließend nochmals mit kaltem und heißem Wasser gespült und sodann getrocknet. Es wird eine farbstarke rote Färbung mit guten Echtheitseigenschaften erhalten; die Färbung entspricht in ihrer Qualität den Färbungen, die mit diesem Farbstoff gemäß

den üblichen Färbeweisen des Standes der Technik erhalten werden.

Beispiel 10

5

10

15

25

30

a) Ein Gewebe aus mercerisierter und gebleichter Baumwolle wird mit einer 20 bis $25\,^{\circ}$ C warmen Lösung mit einem pH-Wert von 5,5 von 70 Teilen [γ -(β '-N-Methylamino-ethoxy)-propyl]-dimethyl-ethoxysilan in 1000 Teilen Wasser mit einer Flottenaufnahme von 90 % geklotzt. Das imprägnierte Material wird anschließend während 2,5 min mit Heißluft: von 150 °C behandelt, wobei sowohl die Fixierung der Silanverbindung auf dem Gewebe als auch dessen Trocknung erfolgt.

b) 100 Teile des gemäß a) modifizierten Gewebes werden in 2000 Teile einer wäßrigen Farbstofflösung von 2 Teilen eines 50 %igen elektrolythaltigen (vorwiegend natriumchloridhaltigen) Farbstoffpulvers des aus dem Beispiel 1 der Europäischen Patentschrift Nr. 0 032 187 bekannten Monoazofarbstoffes gegeben. Das Färbebad wird innerhalb von 30 Minuten auf 60°C erwärmt und der Färbeprozeß bei dieser Temperatur noch 60 Minuten weitergeführt. Die erhaltene Färbung wird herausgenommen und zweimal mit Wasser gespült, wobei das erste Spülwasser ein handelsübliches Tensid enthalten kann, und anschließend getrocknet. Man erhält ein gleichmäßig tiefrot gefärbtes Gewebe mit guten Echtheitseigenschaften, die denen einer Färbung mit diesem Farbstoff entsprechen, die nach einem üblichen Färbeverfahren des Standes der Technik für faserreaktive Farbstoffe hergestellt wurde.

Beispiel 11

a) Ein Gewebe aus mercerisierter und gebleichtet Baumwolle wird mit einer 25 bis 30°C warmen wäßrigen Lösung mit einem pH-Wert von 5,5 aus 80 Teilen eines Isomerengemisches von Verbindungen der chemischen Struktur 3'- und 4'-[β-(N-Methylamino)-ethoxy-methyl]-phenethyl-(diethoxy)-(methyl)-silan (von Beispiel D) in 1000 Teilen Wasser mit einer Flottenaufnahme von 75 % geklotzt. Das imprägnierte Gewebe wird anschließend einem Heißluftstrom von 130°C während 3 Minuten ausgesetzt, wobei sowohl die Fixierung der Silanverbindungen auf der Faser als auch die Trocknung des Materials erfolgt.

b) Das gemäß a) modifizierte Baumwollgewebe wird gemäß der Verfahrensweise des Beispieles 8b) gefärbt. Es wird eine farbstarke, gleichmäßig gefärbte gelbe Färbung mit guten Echtheitseigenschaften erhalten; die Färbung entspricht in ihrer Qualität den Färbungen, die mit diesem Farbstoff gemäß den üblichen Ausziehfärbeverfahren für faserreaktive Farbstoffe des Standes der Technik erhalten werden.

Beispiel 12

35

40

a) Ein Gewebe aus mercerisierter und gebleichter Baumwolle wird mit einer 25 bis 30°C warmen wäßrigen Lösung von 80 Teilen der Silanverbindung von Beispiel A in 1000 Teilen Wasser, die mit Eisessig auf einen pH-Wert von 5,5 eingestellt ist, mit einer Flottenaufnahme von 72 % imprägniert. Anschließend wird das Material während 5 Minuten mit Heißluft von 130°C getrocknet und die Silanverbindung gleichzeitig auf dem Material fixiert.

b) Das so modifizierte Baumwollgewebe wird gemäß einer Ausziehfärbeweise gefärbt:

100 Teile des modifizierten Gewebes werden in 2000 Vol.-Teile einer wäßrigen Farbstofflösung gegeben, die 2 Teile eines 50 %igen elektrolythaltigen (vorwiegend natriumchloridhaltigen) Farbstoffpulvers des bekannten Farbstoffes der Formel

45

55

50

in Form des Alkalimetallsalzes (d.h. 1 Teil dieses Farbstoffes und 1 Teil des Elektrolyts) gelöst enthält, das Färbebad wird innerhalb von 30 Minuten auf 60°C geheizt, und der Färbeprozess wird bei dieser Temperatur 60 Minuten weitergeführt. Anschließend wird das gefärbte Gewebe mit kaltem und mit heißem Wasser gespült, wobei das heiße Wasser ein handelsübliches Netzmittel enthalten kann,

gegebenenfalls nochmals mit kaltem Wasser gespült und getrocknet.

Es wird eine farbstarke, gleichmäßig gefärbte orange Färbung erhalten, die gute Allgemeinechtheiten besitzt.

5 Patentansprüche

10

15

20

25

30

35

40

45

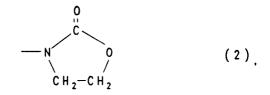
50

55

- 1. Verfahren zum Färben von textilen Fasermaterialien mit wasserlöslichen Farbstoffen, bevorzugt anionischen Farbstoffen, die gegebenenfalls eine oder mehrere faserreaktive Gruppen enthalten, unter Anwendung wäßriger Färbelösungen, Klotzflotten und Druckpasten, in welchen der Farbstoff gelöst ist, dadurch gekennzeichnet, daß man als Substrat ein textiles Fasermaterial verwendet, das mit einer Silanverbindung modifiziert wurde, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der an das Siliciumatom gebundenen Substituenten eine primäre, sekundäre oder tertiäre Aminogruppe, eine primäre, sekundäre, tertiäre oder quartäre Ammoniumgruppe oder eine Hydroxy- oder Thiolgruppe besitzt, wobei die an das Siliciumatom gebundenen Substituenten noch durch weitere nicht-ionische und/oder anionische Substituenten substituiert sein können, und mit der Maßgabe, daß mindestens einer der an das Siliciumatom gebundenen Substituenten ein Substituent ist, der durch Wasser zur Hydroxygruppe hydrolysiert wird, und daß in Abwesenheit eines alkalisch wirkenden Agenz oder in Gegenwart einer nur äußerst geringen Menge eines alkalisch wirkenden Agenz und/oder in Abwesenheit oder in Gegenwart von nur geringen Mengen an einem Elektrolyt gefärbt wird.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Silanverbindung eine Verbindung der allgemeinen Formel (1) ist

in welcher bedeuten:

R¹ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, Halogen, Hydroxy, Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert ist, N-Morpholino, N-Imidazolino oder eine Gruppe der Formel (2)



R² ist eine Gruppe der allgemeinen Formel (3a) oder (3b)

worin bedeuten:

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

- a ist die Zahl Null oder 1;
- b ist eine ganze Zahl von Null bis 10;
- c ist die Zahl 1 oder 2 und ist zwingend 1, falls a gleich Null ist;
- A ist Alkylen von 1 bis 6 C-Atomen, das durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen, das durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen-alkylen, Alkylen-phenylen, Alkylen-phenylen oder Phenylen-alkylen-phenylen, wobei die Alkylengruppen dieser Reste solche von 1 bis 6 C-Atomen sind und durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein können, und die Phenylenreste durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein können:
- X¹ ist im Falle von c gleich 1 eine Gruppe der Formel -S- , -O- , -NH- oder -N(R)- , in welcher R Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, oder ist im Falle von c gleich 2 ein Stickstoffatom;
- B ist Cycloalkylen von 5 bis 8 C-Atomen oder Alkylen von 1 bis 6 C-Atomen, das durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfato, Sulfo oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen, das durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein kann;
- X² ist eine Gruppe der Formel -S- , -O- , -NH- oder -N(R)- mit R der obengenannten Bedeutung; ist Alkylen von 1 bis 6 C-Atomen, das durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen, das durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein kann, oder ist Phenylen-alkylen, Alkylen-phenylen, Alkylen-phenylen-alkylen oder Phenylen-alkylen-phenylen, wobei die Alkylengruppen dieser Reste solche von 1 bis 6 C-Atomen sind und durch Hydroxy, Methoxy, Ethoxy, Sulfo, Sulfato oder Carboxy substituiert sein können, und die Phenylenreste durch Methoxy, Ethoxy, Methyl, Ethyl, Sulfo und/oder Carboxy substituiert sein können, oder D kann eine direkte Bindung sein, falls (a + b) nicht gleich Null ist;
- T ist Hydroxy, Thiol oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (4a) oder (4b)

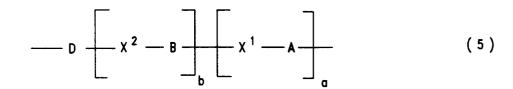
$$--- N \stackrel{R^5}{\underset{R^6}{\overline{}}}$$

in welchen

R⁵ Wasserstoff oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Amino, Thio

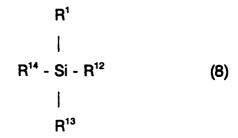
oder Hydroxy substituiert sein kann, oder Carbamoyl ist, das mono- oder disubstituiert sein kann

- R⁶ Wasserstoff, Phenyl, Sulfophenyl oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Methoxy, Ethoxy, Amino, Thio oder Hydroxy substituiert sein kann,
- R⁷ Wasserstoff, Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das substituiert sein kann, und
- X⁽⁻⁾ ein einwertiges Anion oder ein einem einwertigen Anion äquivalenter Teil eines mehrwertigen Anions ist:
- G ist ein Rest der allgemeinen Formel (5)



in welcher D, X^2 , B, X^1 , A, a und b eine der obengenannten Bedeutungen haben;

- R⁸ ist Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen oder Phenylen-alkyl mit einem Alkylrest von 1 bis 4 C-Atomen, wobei der Phenylenrest durch Substituenten aus der Gruppe Methyl, Ethyl, Methoxy, Ethoxy, Sulfo und Carboxy substituiert sein kann, und wobei diese Reste R⁸ noch durch eine Gruppe T der obigen Bedeutung substituiert sein können;
- R⁹ hat eine der Bedeutungen von R¹ oder R³;
- R³ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, Phenyl oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (3a) und (3b);
- R⁴ hat eine der für R¹ oder R³ genannten Bedeutungen.
- 30 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat ein mit einer Silanverbindung der allgemeinen Formel (1) modifiziertes Cellulosefasermaterial ist.
 - **4.** Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbung des Substrats bei einer Temperatur zwischen 10 und 30°C durchführt.
 - 5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbung des Substrats bei einer Temperatur zwischen 30 und 60°C durchführt.
- 6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Silanverbindung eine Verbindung der allgemeinen Formel (8)



ist, in welcher bedeuten:

R¹ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, Halogen, Hydroxy, Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert ist, N-Morpholino, N-Imidazolino oder eine Gruppe der Formel (2)

55

5

10

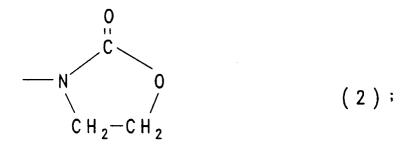
15

20

25

35

45



10

5

R¹² ist eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) oder (9b)

$$- a | k - (CH_2)_k - O - (CH_2)_n - T^1$$
 (9a)

20

$$-(CH_2)_n + O - (CH_2)_p + T^1$$
 (9b)

25

30

in welchen

n eine ganze Zahl von 1 bis 6 ist,

m eine ganze Zahl von Null bis 6 bedeutet,

k eine ganze Zahl von Null bis 4 ist,

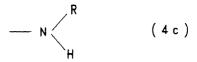
p eine ganze Zahl von 1 bis 4 ist,

z eine ganze Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise von 1 bis 5, ist,

alk einen geradkettigen oder verzweigten Alkylenrest von 1 bis 8 C-Atomen bedeutet und

T¹ eine Aminogruppe der allgemeinen Formel (4c)

35



40

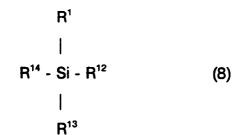
45

55

ist, in welcher

- R Wasserstoff oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Amino, Thio oder Hydroxy substituiert sein kann, oder mono- oder disubstituiertes Carbamoyl ist;
- R¹³ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, Phenyl oder eine Gruppe der allgemeinen Formel
- R¹⁴ hat eine der für R¹ oder R¹³ genannten Bedeutungen.
- 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Rest R¹² in der Verbindung (8) ein Rest der allgemeinen Formel (9b) ist.
 - 8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Rest T¹ die Methylamino- oder Ethylamino-Gruppe ist.
 - 9. Ein textiles Fasermaterial, vorzugsweise Cellulosefasermaterial, das durch eine Silanverbindung von Anspruch 1 modifiziert ist.

- 10. Verfahren zur Modifizierung eines textilen Fasermaterials, dadurch gekennzeichnet, daß man mindestens eine Silanverbindung gemäß Anspruch 1 auf das textile Fasermaterial aufbringt und einer Hitzebehandlung von 100 bis 230°C unterwirft.
- 5 **11.** Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Silanverbindung eine Verbindung der allgemeinen Formel (8)



ist, in welcher bedeuten:

10

15

20

25

30

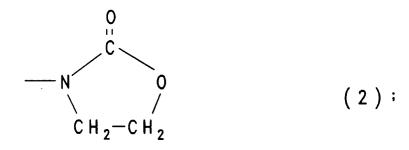
35

40

50

55

R¹ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, Halogen, Hydroxy, Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert ist, N-Morpholino, N-Imidazolino oder eine Gruppe der Formel (2)



R¹² ist eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) oder (9b)

$$- a | k - (CH2)k - 0 - (CH2)n - T1 (9a)$$

$$- (CH2)n - (CH2)p - T1$$
 (9b)

in welchen

n eine ganze Zahl von 1 bis 6 ist,

m eine ganze Zahl von Null bis 6 bedeutet,

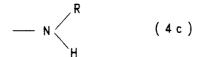
k eine ganze Zahl von Null bis 4 ist,

p eine ganze Zahl von 1 bis 4 ist,

eine ganze Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise von 1 bis 5, ist,

alk einen geradkettigen oder verzweigten Alkylenrest von 1 bis 8 C-Atomen bedeutet und

T¹ eine Aminogruppe der allgemeinen Formel (4c)



5

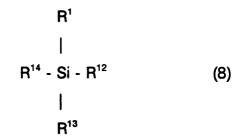
ist, in welcher

- R Wasserstoff oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Amino, Thio oder Hydroxy substituiert sein kann, oder mono- oder disubstituiertes Carbamoyl ist;
- R¹³ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, Phenyl oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) und (9b);
- R¹⁴ hat eine der für R¹ oder R¹³ genannten Bedeutungen.

15

10

- **12.** Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Rest R¹² in der Verbindung (8) ein Rest der allgemeinen Formel (9b) ist.
- **13.** Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Rest T¹ die Methylamino- oder Ethylamino-Gruppe ist.
 - **14.** Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Hitzebehandlung bei einer Temperatur zwischen 100 und 150°C durchgeführt wird.
- 5 15. Silanverbindung entsprechend der allgemeinen Formel (8)



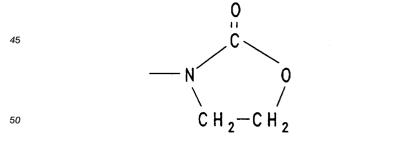
35

40

30

in welcher bedeuten:

R¹ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, Halogen, Hydroxy, Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert ist, N-Morpholino, N-Imidazolino oder eine Gruppe der Formel (2)



(2);

R¹² ist eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) oder (9b)

$$- a | k - (CH2)k - 0 - (CH2)n - T1$$
 (9a)

5

15

20

25

30

35

$$-- (CH2)n --- (CH2)p --- T 1 (9b)$$

in welchen

n eine ganze Zahl von 1 bis 6 ist,

m eine ganze Zahl von Null bis 6 bedeutet,

k eine ganze Zahl von Null bis 4 ist,

p eine ganze Zahl von 1 bis 4 ist,

z eine ganze Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise von 1 bis 5, ist,

alk einen geradkettigen oder verzweigten Alkylenrest von 1 bis 8 C-Atomen bedeutet und

T¹ eine Aminogruppe der allgemeinen Formel (4c)



ist, in welcher

R Wasserstoff oder Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen ist, das durch Phenyl, Sulfophenyl, Amino, Thio oder Hydroxy substituiert sein kann, oder mono- oder disubstituiertes Carbamoyl ist;

R¹³ ist Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, Alkenyl von 2 bis 8 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, Phenyl oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) und (9b);

R¹⁴ hat eine der für R¹ oder R¹³ genannten Bedeutungen.

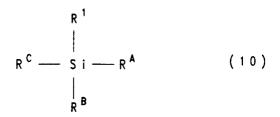
16. Verbindung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß R¹ Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen oder durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiertes Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen ist.

40

17. Verbindung nach Anspruch 15 oder 16, dadurch gekennzeichnet, daß R¹³ Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen, durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiertes Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen oder eine Gruppe der allgemeinen Formel (9a) oder (9b) ist.

45 18. Verbindung nach mindestens einem der Ansprüche 15 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß R¹⁴ Alkyl von 1 bis 4 C-Atomen, Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen oder durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiertes Alkoxy von 2 bis 4 C-Atomen ist.

19. Verfahren zur Herstellung einer Silanverbindung der allgemeinen Formel (8) von Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Verbindung der allgemeinen Formel (10)



in welcher

5

10

20

25

30

35

45

50

R¹ eine der in Anspruch 15 genannten Bedeutungen besitzt, R^A ein Rest der allgemeinen Formel (11a) oder (11b)

- c | k - (CH₂)_k - Ho! - (CH₂)_n - Hal (11b)

ist, in welchen

alk, k und n eine der in Anspruch 15 genannten Bedeutungen besitzen und

Hal für ein Halogenatom steht,

R^B Wasserstoff, Alkoxy von 1 bis 8 C-Atomen, das durch Alkoxy von 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Halogen, Hydroxy, Alkyl von 1 bis 8 C-Atomen, Alkenyl von 2

bis 8 C-Atomen, Alkinyl von 3 bis 8 C-Atomen, oder Phenyl oder eine Gruppe der

allgemeinen Formel (11a) oder (11b) ist und

R^C eine der für R¹ oder R^B genannten Bedeutungen besitzt,

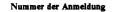
mit einer Verbindung der allgemeinen Formel (12a) oder (12b)

MeO - $(CH_2)_n$ - T^1 (12a)

MeO - $(CH_2)_p$ - T^1 (12b)

in welchen n, p und T¹ eine der in Anspruch 15 genannten Bedeutungen besitzen und Me für eine Alkalimetall steht, in einem polaren, organischen, gegebenenfalls mit Wasser mischbaren Lösemittel, das gegenüber den Reaktanten inert ist, bei einer Temperatur zwischen 0 und 50°C umsetzt.

20. Verwendung einer Silanverbindung von Anspruch 15 zur Modifizierung eines textilen Fasermaterials, vorzugsweise Cellulosefasermaterials.





EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

ΕP 92 10 7668

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE				
ategorie	Kennzeichnung des Dokum der maßgebli	ents mit Angabe, soweit erforderlich, chen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
х	US-A-3 653 952 (GAALIA	RDI)	1,9,10	D06P1/52
. 1	<pre>* das ganze Dokument *</pre>			D06M13/507
A			2-8,	DO6M13/513
			11-20	
,	FR-A-1 294 236 (DOW CO	 RNING CORP.)	1,9,10	
	* das ganze Dokument *	•		
^			2-8,	
			11-20	
	GB-A-939 227 (CANADIAN * das ganze Dokument *	 CELANESE LTD)	1-20	
	FR-A-1 294 237 (DOW CO	 RNING LTD)		
				RECHERCHIERTE
				SACHGEBIETE (Int. Cl.5
				DO6P
				DO6M
Der vo	rliegende Recherchenbericht wur	de für alle Patentansprüche erstellt	-	
	Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche		Prüfer
	DEN HAAG	12 AUGUST 1992	J-F	DELZANT
X : von Y : von and	KATEGORIE DER GENANNTEN besonderer Bedeutung allein betrach besonderer Bedeutung in Verbindun eren Veröffentlichung derselben Kate	tet E: älteres Patentd nach dem Anm g mit einer D: in der Anmeld ggorie L: aus andern Gri	okument, das jedoc eldedatum veröffen ung angeführtes Do inden angeführtes l	ntlicht worden ist okument Dokument
A: tech O: nici	nnologischer Hintergrund htschriftliche Offenbarung ischenliteratur	**************************	*********************	lie, übereinstimmendes

EPO FORM 1503 00.82 (P0403)