

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 515 900 A2**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **92108026.3**

51 Int. Cl.⁵: **D06M 13/432**, **D06M 15/423**,
D06M 11/81

22 Anmeldetag: **13.05.92**

30 Priorität: **31.05.91 DE 4117902**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.12.92 Patentblatt 92/49

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

71 Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
W-6700 Ludwigshafen(DE)

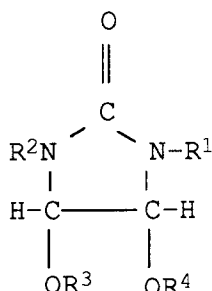
72 Erfinder: **Hois, Pia, Dr.**
Rheingrafenstrasse 30
W-6700 Ludwigshafen(DE)
Erfinder: **Simenc, Toni**
August-Bebel-Strasse 69
W-6800 Mannheim 1(DE)

54 **Katalysator für die Hochveredlung von Textilien.**

57 Die Erfindung betrifft einen chloridfreien Katalysator zur Hochveredlung von Textilien mit formaldehydfreien Vernetzern, enthaltend Magnesium- und Fluoborationen im Verhältnis 1:0,1 bis 4.
Der Katalysator erlaubt die geruchsfreie Hochveredlung.

EP 0 515 900 A2

Wegen der anhaltenden Diskussion um den Einsatz von formaldehydhaltigen Hilfsmitteln in der Textilindustrie werden z.B. in der Hochveredlung von Textilien vermehrt formaldehydfreie Vernetzer verwendet, z.B. solche der Formel I



in der

$\text{R}^1, \text{R}^2 = \text{H}$ oder C_1 - bis C_3 -Alkyl mit der Maßgabe bedeuten, daß mindestens einer der Reste R^1 und R^2 eine C_1 - bis C_3 -Alkylgruppe ist, und R^3, R^4 für H oder C_1 - bis C_4 -Alkyl stehen.

Bei der Großproduktion in den Textilbetrieben wird jedoch gelegentlich eine äußerst unangenehme Geruchsbildung auf der ausgerüsteten Ware festgestellt, die in der Markteinführungsphase dieser Vernetzer nicht bemerkt wurde. Diese Geruchsbildung ist anscheinend die Folge einer katalytischen Zersetzung des Vernetzers bei höheren (Kondensations-)Temperaturen. Es entstehen leicht flüchtige Verbindungen, die zur Geruchsbelästigung bei der ausgerüsteten Ware führen - vor allem bei bereits konfektionierter und luftdicht verpackter Ware.

Aufgabe der Erfindung war es, eine Möglichkeit zur Vermeidung dieser Geruchsbelästigung zu finden.

Die Erfindung betrifft nun einen chloridfreien Katalysator, bei dessen Verwendung keine Geruchsbelästigung mehr auftritt und der Magnesium- und Fluoborationen im molaren Gewichtsverhältnis $\text{Mg}^{2+} : \text{BF}_4^-$ wie 1:0,1 bis 4, vorzugsweise 1:0,2 bis 2 enthält.

Vorzugsweise wird der Katalysator als wäßrige Lösung verwendet, die 15 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 35 %, Salz enthält. Die Magnesium- und Fluoborationen können dabei in Salzform, z.B. als Magnesiumsulfat, -phosphat, -nitrat, -acetat, -glykolat, -citrat oder -adipat oder Natrium-, Lithium-, Kalium- oder Zinkfluoborat eingebracht werden. Besonders bevorzugt ist die Verwendung von Magnesiumsulfat, Magnesiumnitrat und Natriumfluoborat.

Die Anwendung des Katalysators bei der Hochveredlung erfolgt wie z.B. bei Magnesiumchlorid üblich, Anwendungsmengen liegen im Bereich von ungefähr 30 bis 50 Teilen einer beispielsweise 20 %igen Lösung, bezogen auf 100 Teile des Vernetzers (45 %ige Lösung). Gegenüber den bekannten Methoden ergeben sich bei dem neuen Katalysator keine Abweichungen.

Experimentelles:

Ein BW-gewebe (100 g/m²) wird mit folgenden Lösungen mittels eines Foulards imprägniert. Flottenaufnahme ca. 80 %.

Katalysator-Lösung 1:	8,7 Teile MgSO_4 calz. 2,0 Teile NaBF_4 29,3 H_2O
Katalysator-Lösung 2:	8,7 Teile MgSO_4 calz. 2,5 Teile $\text{Zn}(\text{BF}_4)_2$ 29,5 H_2O
Katalysator-Lösung 3:	4,0 Teile MgSO_4 calz. 5,0 Teile $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ 0,5 Teile NaBF_4 20,5 H_2O

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50

	Beispiel			Vergleichsbeispiel				
	1	2	3	4	5	6	7	8
								unbehandelt
Verbindung der Formel I als 45 %ige wäßrige Lösung (Teile)	100	100	100	100	100	100	100	
Kat.-Lösung 1	40							
Kat.-Lösung 2		40						
Kat.-Lösung 3			30					
MgCl ₂ ·6 H ₂ O				12	10			
Na BF ₄					0,2			
Mg (BF ₄) ₂ (30 %ige Lösung in H ₂ O)						12		
Zn (BF ₄) ₂ (50 %ige Lösung in H ₂ O)							10	

Die ausgerüstete Ware wurde luftdicht in einer Polyethylenfolie verpackt, 24 Stunden gelagert und danach einer Geruchsprüfung unterworfen.

Die gemäß den Beispielen 1 bis 3 behandelten Muster waren geruchlos, die gemäß den Beispielen 6 und 7 wiesen einen leichten Geruch auf und die gemäß den Beispielen 4 und 5 rochen äußerst unangenehm.

	Beispiele			Vergleichsbeispiele				
	1	2	3	4	5	6	7	8
Trockenknitterwinkel (K+5)	215°	213°	220°	210°	215°	215°	220°	95°
Monsanto Bild m d nach Maschinenwäsche 20 Min. bei 60°C	3,0	3,0	3,5	3,0	3,0	3,2	3,5	1,0
Reißfestigkeit (Schuß)	290	285	280	285	275	290	295	390
Waschkumpf nach Maschinenwäsche 20 Min bei 60°	K: 0,8 S: 0,4	0,8 0,4	0,4 0,2	0,8 0,4	0,8 0,4	0,6 0,4	0,4 0,2	6,5 4,5

K = Kette
S = Schuß

Patentansprüche

- Chloridfreier Katalysator zur Hochveredlung von Textilien mit formaldehydfreien Vernetzern, enthaltend Magnesium- und Fluoborationen im molaren Gewichtsverhältnis 1:0,1 bis 4.
- Katalysator gemäß Anspruch 1, enthaltend Mg^{2+} und BF_4^- -Ionen im Verhältnis 1:0,2 bis 2.
- Katalysator gemäß Anspruch 1 als 20- bis 35 %ige wäßrige Lösung.

EP 0 515 900 A2

4. Verfahren zur Hochveredlung von Textilien mit formaldehydfreien Vernetzern, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Katalysator gemäß Anspruch 1 verwendet.

5 5. Verwendung des Katalysators gemäß Anspruch 1 zur Hochveredlung von Textilien mit formaldehydfreien Vernetzern.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55