



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 127 975 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
29.08.2001 Patentblatt 2001/35

(51) Int Cl.7: **D06M 15/643**, D06M 15/03,
D06P 1/52, D06P 1/48,
D06P 5/08

(21) Anmeldenummer: **00127958.7**

(22) Anmeldetag: **21.12.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

- **Obenhuber, Martina**
84489 Burghausen (DE)
- **Munique, Claus**
65205 Wiesbaden (DE)

(30) Priorität: **10.02.2000 DE 10005855**

(74) Vertreter: **Fritz, Helmut, Dr. et al**
Wacker-Chemie GmbH,
Zentralabteilung Patente,
Marken und Lizenzen,
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München (DE)

(71) Anmelder: **Wacker-Chemie GmbH**
81737 München (DE)

(72) Erfinder:
• **Habereeder, Peter, Dr.**
84533 Marktl (DE)

(54) **Flächengebilde aus Polyester**

(57) Flächengebilde, enthaltend Polyester, wobei

es zumindest ein Organopolysiloxan und zumindest ein Alkylpolyglykosid aufweist.

EP 1 127 975 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Flächengebilde, das Polyester enthält.

[0002] Es ist bekannt textile Flächengebilde wie Gewebe, Strickwaren oder Nonwovens mit Siliconweichmachern auszurüsten, um einen weichen, gefälligen Griff zu erzeugen.

[0003] Besonders bewährt haben sich hierbei aminofunktionelle Silicone, deren Weichgriff unübertroffen ist. Diese Wirkstoffe werden zumeist in Form von Micro- oder Macroemulsionen im Markt angeboten.

[0004] Bei der Ausrüstung von Flächengebilden, die Polyester enthalten, haben diese aminofunktionellen Weichmacher gravierende Nachteile. Besonders störend ist die Verschlechterung der Waschechtheiten von Färbungen und Drucken.

[0005] Aufgabe der Erfindung ist die Überwindung der Nachteile des Standes der Technik.

[0006] Diese Aufgabe wird durch die Erfindung gelöst

[0007] Gegenstand der Erfindung sind Flächengebilde enthaltend Polyester, dadurch gekennzeichnet, daß es zumindest ein Organopolysiloxan und zumindest ein Alkylpolyglykosid aufweist.

[0008] Überraschend wurde nun gefunden, daß die beschriebenen Nachteile nicht auftreten, wenn man als Weichmacher Emulsionen einsetzt, deren Siliconanteil aus den bekannten Aminoiliconen besteht, die erfindungsgemäß Alkylpolyglycoside als Emulgatoren enthalten.

[0009] Flächengebilde, die Polyester aufweisen, können Mischgewebe aus Polyester mit Baumwolle, Wolle oder anderen Stoffen sein oder nur aus Polyester bestehen, sind Gewebe, Strickwaren oder Nonwovens, die als Kleidungsstücke, Tischdecken, Abdeckungen, Zelte, Transportbehälter, wie Säcke, Rucksäcke etc. dienen.

[0010] Flächengebilde, enthaltend Polyester, werden in üblicher Weise mit Dispersionsfarbstoffen gefärbt oder bedruckt und weisen eine Farbstoff-Fixierung durch Behandlung unter Druck bei 130 °C auf.

[0011] Bei den Organopolysiloxanen handelt es sich vorzugsweise um Organopolysiloxane (a), welche polare Gruppen an Si-C-gebundenen Kohlenwasserstoffresten aufweisen, wie vorzugsweise Amino-, Ammonium-, Epoxy-, Hydroxy-, Amido-, Mercapto-, Carboxy- und/oder Sulfonsäuregruppen, deren Salze oder Ester.

[0012] Vorzugsweise weisen die Organopolysiloxane (a) die allgemeine Formel (I)



auf, worin

R vorzugsweise gleiche oder verschiedene, gegebenenfalls substituierte Kohlenwasserstoffreste oder Kohlenwasserstoffoxyreste mit jeweils 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, Wasserstoffatome oder Hydroxyreste,

R' vorzugsweise gleiche oder verschiedene, Si-C-gebundene, polare Gruppen enthaltende substituierte Kohlenwasserstoffreste,

n eine ganze Zahl im Wert von 0, 1, 2 oder 3,

m eine ganze Zahl im Wert von 0, 1, 2 oder 3

bedeuten, und die Summe **n** + **m** einen durchschnittlichen Wert von 1,8 bis 2,2 besitzt und **m** so gewählt ist, daß das Polyorganosiloxan mindestens einen Rest **R'** aufweist.

[0013] Vorzugsweise besitzt die Summe **n** + **m** einen durchschnittlichen Wert von 1,9 bis 2,1.

[0014] Beispiele für Kohlenwasserstoffreste **R** sind vorzugsweise Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, n-Butyl-, iso-Butyl-, tert.-Butyl-, n-Pentyl-, iso-Pentyl-, neo-Pentyl-, tert.-Pentylrest; Hexylreste, wie der n-Hexylrest; Heptylreste, wie der n-Heptylrest; Octylreste, wie der n-Octylrest und iso-Octylreste, wie der 2,2,4-Trimethylpentylrest; Nonylreste, wie der n-Nonylrest; Decylreste, wie der n-Decylrest; Dodecylreste, wie der n-Dodecylrest; Octadecylreste, wie der n-Octadecylrest; Alkenylreste, wie der Vinyl-, Allyl- und der 5-Hexen-1-ylrest; Cycloalkylreste, wie Cyclopentyl-, Cyclohexyl-, Cycloheptylreste und Methylcyclohexylreste; Arylreste, wie der Phenyl-, Naphthyl- und Anthryl- und Phenanthrylrest; Alkarylreste, wie o-, m-, p-Tolylreste, Xylylreste und Ethylphenylreste; Aralkylreste, wie der Benzylrest, der alpha- und der beta-Phenylethylrest.

[0015] Beispiele für gegebenenfalls substituierte Kohlenwasserstoffoxyreste **R** sind vorzugsweise über ein direkt an ein Siliciumatom gebundenes Sauerstoffatom gebundene substituierte und unsubstituierte Kohlenwasserstoffreste **R** gemäß den vorstehend genannten Beispielen, insbesondere Alkoxyreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen und Phenoxyreste, speziell der Methoxy-, Ethoxy-, n-Propoxy-, iso-Propoxy- und Phenoxyrest. Vorzugsweise sind höchstens 5 % der Reste **R** gegebenenfalls substituierte Kohlenwasserstoffoxyreste.

[0016] Beispiele für bevorzugte aminofunktionelle Reste **R'** sind Reste der allgemeinen Formel (II)

EP 1 127 975 A1



und deren durch Umsetzung mit Mineral- oder Carbonsäuren herstellbare Ammoniumsalze, wobei

- R¹** vorzugsweise einen zweiwertigen C₁- bis C₁₈-Kohlenwasserstoffrest bedeutet,
R² vorzugsweise ein Wasserstoffatom oder einen gegebenenfalls Fluor-, Chlor- oder Brom-substituierten C₁- bis C₁₈-Kohlenwasserstoffrest bedeutet,
a die Werte 2, 3, 4, 5 oder 6 hat und
b die Werte 0, 1, 2, 3 oder 4 hat.

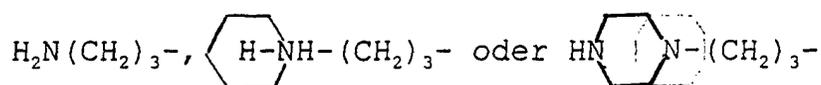
[0017] Beispiele für die zweiwertigen C₁- bis C₁₈-Kohlenwasserstoffreste **R¹** sind vorzugsweise gesättigte gerad- oder verzweigt-kettige oder cyclische Alkylreste, wie der Methylen- und Ethylenrest, sowie Propylen-, Butylen-, Pentylen-, Hexylen-, 2-Methylpropylen-, Cyclohexylen- und Octadecylenreste oder ungesättigte Alkyl- oder Arylreste wie der Hexenylenrest und Phenylenreste, wobei der n-Propylenrest und der 2-Methylpropylenrest besonders bevorzugt sind.

[0018] Beispiele für die Kohlenwasserstoffreste **R²** vorzugsweise sind die für **R** angegebenen Beispiele. Beispiele für halogensubstituierte Kohlenwasserstoffreste **R²** sind Halogenalkylreste, wie der 3,3,3-Trifluor-n-propylrest, der 2,2,2,2',2'-Hexafluorisopropylrest, der Heptafluorisopropylrest, und Halogenarylreste, wie der o-, m- und p-Chlorphenylrest.

[0019] In der vorstehenden allgemeinen Formel (II) bedeuten vorzugsweise

- R¹** einen zweiwertigen C₂- bis C₆-Kohlenwasserstoffrest,
R² ein Wasserstoffatom, einen Methyl- oder Cyclohexylrest,
a die Werte 2 oder 3 und
b die Werte 0 oder 1.

[0020] Besonders bevorzugt sind lineare Polydimethylsiloxane, die gegebenenfalls als Reste **R** neben Methylresten höchstens 5 % C₁-bis C₃-Alkoxy- oder Hydroxyendgruppen aufweisen. Vorzugsweise weisen diese Polydimethylsiloxane als Reste **R'** die Reste H₂N (CH₂)₂NH (CH₂)₃-, H₂N (CH₂)₂NHCH₂CH (CH₃)CH₂-,

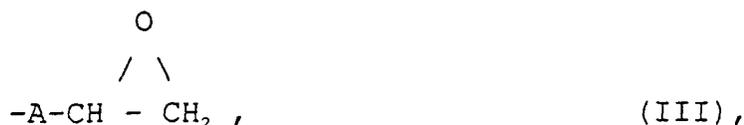


auf.

[0021] Beispiele für Mineralsäuren, die sich mit den vorstehend genannten aminofunktionellen Kohlenwasserstoffresten zu den entsprechenden ammoniumfunktionellen Resten umsetzen lassen, sind vorzugsweise Salz-, Perchlor-, Schwefel-, schweflige, Salpeter-, salpetrige, Fluß-, Phosphor-, Diphosphor- und Polyphosphorsäuren. Beispiele für geeignete Carbonsäuren sind vorzugsweise Ameisen-, Essig-, Propion-, Butansäuren, Citronensäure, Trichlor-, Dichlor- und Chloressigsäure, Trifluoressigsäure, Cyanessigsäure, Phenylessigsäure, Benzoesäure, m- und p-Nitrobenzoesäure, Oxalsäure, Malonsäure und Milchsäure. Besonders bevorzugt sind die mit Essigsäure erhältlichen ammoniumfunktionellen Kohlenwasserstoffreste.

[0022] Beispiele für aminofunktionelle Reste sind vorzugsweise der γ -Acetamidopropylrest, teil- oder vollacetylierte β -Aminoethyl- γ -aminopropylreste.

[0023] Beispiele für epoxyfunktionelle Reste **R'** sind Reste der allgemeinen Formeln (III) und (IV)



5

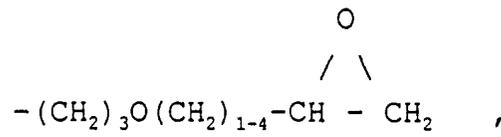


10

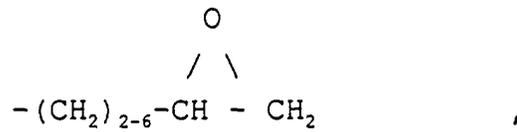
wobei **A** einen Alkyl-, Alkoxyalkyl-, Aryl- oder Alkarylrest bedeutet.

[0024] Beispiele für bevorzugte epoxyfunktionelle Reste **R'** sind

15

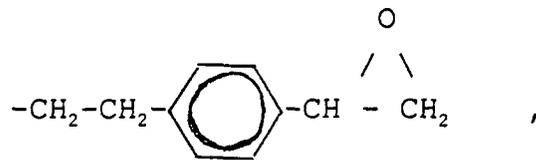


20



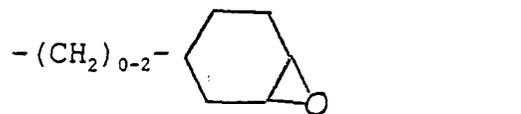
25

30

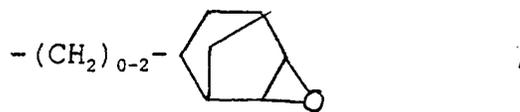


35

40



45

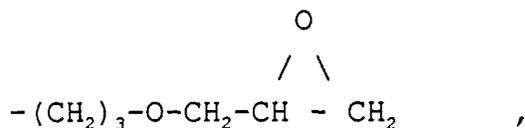


50

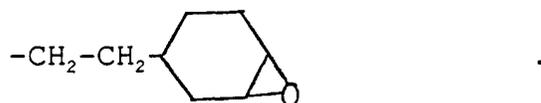
[0025] Besonders bevorzugte epoxyfunktionelle Reste **R'** sind

55

5



10



15 **[0026]** Die bevorzugten Epoxydzahlen der epoxyfunktionellen Organopolysiloxane (a) liegen bei 0,5 - 0,001 (equiv./100 g), insbesondere bei 0,2 - 0,01 (equiv./100 g). Die Epoxydzahl eines epoxyfunktionellen Organopolysiloxans gibt die Anzahl an Äquivalenten Epoxyd, nämlich die Molzahl an Epoxydgruppen, an, die in 100 Gramm Organopolysiloxan (a) enthalten ist.

20

[0027] Beispiele für bevorzugte carboxyfunktionelle Reste **R'** sind Reste der allgemeinen Formel (V)



25

und deren durch Umsetzung mit Basen herstellbare Salze, wobei

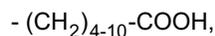
X einen linearen, verzweigten aliphatischen, aromatischen oder gemischt aliphatisch-aromatischen Kohlenwasserstoffrest bedeutet, dessen Kohlenstoffgerüst durch zweiwertige Schwefel-, Sauerstoff- oder Carbonsäureesterreste unterbrochen sein kann und

30

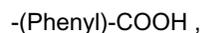
p den Wert 1 oder 2 hat.

[0028] Als carboxyfunktionelle Reste **R'** sind besonders bevorzugt die Reste

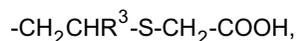
35



40

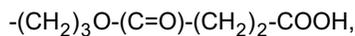


45

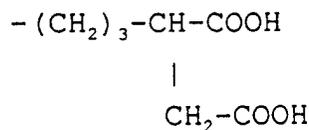


wobei **R³** vorzugsweise ein Wasserstoffatom, einen Methyl- oder Ethylrest bedeutet,

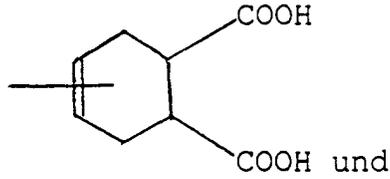
50



55

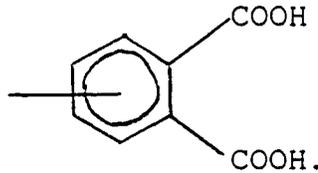


5



10

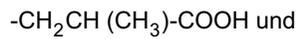
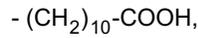
15



20

Insbesondere bevorzugt als carboxyfunktionelle Reste **R'** sind vorzugsweise die Reste

25



30

[0029] Beispiele für Basen zur Umsetzung mit carboxyfunktionellen Resten **R'** aufweisenden Organopolysiloxanen (a) sind vorzugsweise Ammoniak, Amine, Alkali- und Erdalkalihydroxide, wie LiOH, NaOH, KOH, RbOH, CsOH, Mg (OH)₂, Ca(OH)₂, Sr(OH)₂ und Ba(OH)₂.

35

[0030] Die bevorzugten Säurezahlen der carboxyfunktionellen Organopolysiloxane (a) liegen bei 1 - 100 (mg KOH/g), vorzugsweise bei 5 - 50 und insbesondere bei 10 - 30. Die Säurezahl eines carboxyfunktionellen Organopolysiloxans (a) gibt die Anzahl an Milligramm Kaliumhydroxid an, die notwendig ist, um die freien Säuren zu neutralisieren, die in einem Gramm des carboxyfunktionellen Organopolysiloxans (a) enthalten sind.

40

[0031] Vorzugsweise sind die Reste **R** Methyl-, Ethyl-, Phenyl-, Methoxy- und/oder Vinylreste. Wegen der leichteren Zugänglichkeit sind vorzugsweise 50 % der Reste **R**, insbesondere mindestens 80 % der Reste **R**, Methylreste.

[0032] Es kann ein Organopolysiloxan (a), vorzugsweise ein solches der Formel (I), eingesetzt werden; es können auch mehrere Organopolysiloxane eingesetzt werden.

45

[0033] Das in Emulsionen eingesetzte Organopolysiloxan(gemisch) ist vorzugsweise flüssig. Insbesondere besitzen die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Organopolysiloxane vorzugsweise jeweils Viskositäten von 100 mPa*s bis 1.000.000 mPa*s, jeweils gemessen bei 25 °C.

[0034] Wird ein aminofunktionelles Organopolysiloxan zur Herstellung des vorzugsweise in den erfindungsgemäßen Emulsionen eingesetzten ammoniumfunktionellen Organopolysiloxans (a) verwendet, so ist bevorzugt, daß es eine Aminzahl von 0,1 bis 3,0, insbesondere von 0,2 bis 0,9, besitzt. Die Aminzahl eines aminofunktionellen Stoffes wird bestimmt als Verbrauch in cm³ an In Salzsäure bei der Titration von 1 g des aminofunktionellen Stoffes.

50

[0035] Als Alkylpolyglykoside können beispielsweise die in der EP-A 418 479 beschriebenen Alkylpolyglykoside der allgemeinen Formel (VI)



55

eingesetzt werden, wobei

R'' vorzugsweise einen linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Alkylrest mit im Mittel 8 bis 24

Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 8 bis 16 Kohlenstoffatomen, und
Z_o vorzugsweise einen Oligoglycosidrest mit im Mittel $n = 1$ bis 10, vorzugsweise 1 bis 5, Hexose- oder Pentoseeinheiten oder Gemischen davon bedeuten.

5 **[0036]** Besonders bevorzugt sind Alkylpolyglykoside mit gesättigtem Alkylrest mit im Mittel 8 bis 14 Kohlenstoffatomen und einem mittleren Glykosidierungsgrad n zwischen 1,1 und 3.

[0037] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Behandlung eines Flächengebildes, enthaltend Polyester, bei dem zumindest ein Organopolysiloxan und zumindest ein Alkylpolyglykosid aufgebracht werden.

10 **[0038]** Dies wird vorzugsweise durch die Behandlung des Flächengebildes, enthaltend Polyester mit einer wässrigen Emulsion auf der Grundlage von

- a) 100 Gewichtsteilen an Organopolysiloxanen, welche vorzugsweise polare Gruppen an Si-C-gebundenen Kohlenwasserstoffresten aufweisen, und
- b) vorzugsweise bis zu 150 Gewichtsteilen an Alkylpolyglykosiden.

15

[0039] Die Organopolysiloxane und Alkylpolyglykoside haben die oben angegebene Bedeutung.

[0040] Im Gegensatz zu den wässrigen Emulsionen von Polydimethylsiloxanölen und Polydiphenylsiloxanölen mit Alkylpolyglykosiden weisen die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen eine höhere Stabilität gegenüber Fremdelektrolyten, wie Magnesium- und Natriumsalzen, auf als entsprechende Emulsionen, bei denen Alkylpolyglykoether als Emulgatoren verwendet werden.

20

[0041] Die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen enthalten relativ geringe Mengen an Emulgatoren, insbesondere 5 bis 100 Gewichtsteile an Alkylpolyglykosiden (b) pro 100 Gewichtsteile polare Gruppen enthaltender Organopolysiloxane (a).

25

[0042] Die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen weisen eine diskontinuierliche Ölphase, welche die polare Gruppen enthaltenden Organopolysiloxane (a) enthält, und eine kontinuierliche Wasserphase auf.

[0043] Die Anteile des Organopolysiloxans (a) und der kontinuierlichen Wasserphase können in weiten Bereichen variiert werden, je nachdem, welcher Festgehalt in den erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen und Mikroemulsionen angestrebt wird. Vorzugsweise liegt der Anteil des Organopolysiloxans (a) zwischen 20 und 70 Gewichtsprozent, insbesondere jedoch zwischen 40 und 60 Gewichtsprozent des Gesamtgewichts der Emulsion.

30

[0044] Die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen weisen vorzugsweise eine mittlere Teilchengröße von höchstens 1 μm , insbesondere von höchstens 300 nm auf. Die erfindungsgemäß eingesetzten Mikroemulsionen weisen vorzugsweise eine mittlere Teilchengröße von höchstens 150 nm, insbesondere von höchstens 20 nm, auf. Der Ausdruck "Emulsionen" umfaßt im ganzen Text auch Mikroemulsionen. Der Ausdruck "Mikroemulsionen" bezieht sich nur auf Emulsionen mit einer mittleren Teilchengröße von höchstens 150 nm, die transparent bis optisch klar sind. Mikroemulsionen von Organopolysiloxanen mit Alkylpolyglykosiden als Emulgatoren sind nicht vorbeschrieben.

35

[0045] Beispielsweise zur Verkleinerung der Teilchengröße und zur Verringerung der benötigten Menge an Alkylpolyglykosiden (b) können die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen, insbesondere die Mikroemulsionen, auch Cotenside, vorzugsweise in Mengen von 0 bis 30 Gewichtsteilen, insbesondere höchstens 20 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile der Organopolysiloxane (a), enthalten.

40

[0046] Unter Cotensiden versteht man polare Verbindungen mittlerer Molmasse, wie vorzugsweise Alkohole der Molekülgröße C_4 bis C_8 , geeignete Glykoether, Amine, Ester oder Ketone.

45

[0047] Beispiele für besonders geeignete Cotenside sind vorzugsweise 1-Butanol, 2-Butanol, 2-Methyl-2-propanol, 1-Pentanol, 2-Pentanol, 3-Pentanol, 1-Hexanol, 2-Hexanol, 3-Hexanol, 1-Heptanol, 2-Heptanol, 3-Heptanol, 4-Heptanol, 1-Octanol, 2-Octanol, 3-Octanol und 4-Octanol; Diethylenglycolmonomethyl-, -ethyl-, und -butylether; Diethylenglycoldimethyl- und - ethylether; 1-Aminobutan, 2-Aminobutan, 2-Amino-2-methylpropan, 1-Aminopentan, 2-Aminopentan, 1-Aminohexan, 1-Aminoheptan und 1-Aminooctan; Ethyl-, Propyl-, Isopropyl-, Butyl-, Iso-butyl-, Pentyl-, Isopentyl- und Hexylacetat; Methyl-, Ethyl- und tert.-Butylpropionat; Methyl-, Ethyl-, Propyl- und Butylbutyrat; 2-Butanon, 2-Pentanon, 3-Pentanon, 4-Methyl-2-pentanon, 2-Hexanon, 3-Hexanon, 2-Heptanon, 3-Heptanon, 4-Heptanon, 5-Methyl-3-Heptanon, 2-Octanon und 3-Octanon.

50

[0048] Beispiele für bevorzugte Cotenside sind 1-Alkanole der vorstehend aufgeführten Beispiele mit C_5 - bis C_8 -Ketten, Diethylenglycolmonobutylether, Diethylenglycoldimethyl- und Diethylenglycoldiethylether, Propyl-, Butyl- und Pentylacetat sowie 2-Pentanon.

[0049] Als Cotenside besonders bevorzugt sind 1-Pentanol, 1-Hexanol und 1-Octanol, Diethylenglycolmonobutylether, Diethylenglycoldimethylether und Butylacetat.

55

[0050] Außer Organopolysiloxan (a), Alkylpolyglykosiden (b), Wasser und gegebenenfalls Cotensid können die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen noch Zusatzstoffe enthalten. Die sind insbesondere Bactericide, Fungicide, Algicide, Mikrobicide, Duftstoffe, Korrosionsinhibitoren, Farbstoffe, Pigmente, Verdickungsmittel und Füllstoffe. Die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen enthalten Zusatzstoffe, vorzugsweise in Mengen von 0 bis 1 Gewichts-

prozent, insbesondere von 0 bis 0,2 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der fertigen Emulsion.

[0051] Das Vermischen aller Komponenten der erfindungsgemäß eingesetzten Emulsion kann in beliebiger Reihenfolge unter Verwendung von Emulgiergeräten oder durch Zusammenrühren ohne Aufbietung hoher Scherkräfte erfolgen. Es ist jedoch bevorzugt, daß zuerst eine homogene Mischung von Organopolysiloxan (a), Alkylpolyglykosiden (b) und Wasser hergestellt und in diese Mischung die Cotenside und Zusatzstoffe, sofern eingesetzt, ohne Aufbietung hoher Scherkräfte eingerührt werden.

[0052] Der auf die jeweiligen Komponenten bzw. Mischungen ausgeübte Druck ist vorzugsweise der gegebenenfalls durch Einwirkung der Mischorgane erhöhte (Atmosphären-)Druck; die entsprechend herrschende Temperatur ist vorzugsweise die gegebenenfalls durch Einwirkung der Mischorgane erhöhte (Raum-)Temperatur.

[0053] Das vorzugsweise in den erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen enthaltene eingesetzte ammoniumfunktionelle Organopolysiloxan

(a) kann hergestellt werden durch Zugabe von Mineralsäuren oder Carbonsäuren zu entsprechenden aminofunktionellen Organopolysiloxanen. Diese Zugabe von Säure zum Organopolysiloxan (a) kann erfolgen, bevor das Organopolysiloxan (a) eingesetzt wird.

[0054] In einer besonders bevorzugten Ausführungsform zur Herstellung der erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen unter Einsatz besonders bevorzugter amino- und/oder ammoniumfunktioneller Organopolysiloxane (a) werden die ammoniumfunktionellen Reste jedoch in situ beim Mischen von Organopolysiloxan (a), Alkylpolyglykosiden (b) und Wasser durch Zugabe der vorstehend beschriebenen Mineral- und/oder Carbonsäuren, insbesondere Essigsäure, erzeugt.

[0055] Die erfindungsgemäß eingesetzten Emulsionen können grundsätzlich in jedem turbulenten Mischer hergestellt werden, der auch bisher zur Herstellung von Emulsionen verwendet wurde. Beispiele für verwendbare Mischer sind Rührer, wie Blatt-, Balken-, Anker-, Gitter-, Schnecken-, Propeller-, Scheiben-, Impeller-, Turbinen-, Planetenrührer, Ein- und Doppelschneckenmischer, Mischturbinen, Kolloidmühlen, Ultraschallmischer, In-line-Mischer, Pumpen, Homogenisatoren, wie Hochdruck-, Turbinen- und Umlaufhomogenisatoren.

[0056] Verschiedene Polyester (PES)-Qualitäten wurden bedruckt bzw. im Jet mit unterschiedlichen, aber als empfindlich bekannten Farbstoffen carrierfrei bei 130 Grad Celsius während 30 - 45 Minuten gefärbt. Nach dem Färben wurden unterschiedliche Siliconweichmacher im Foulard- bzw. Ausziehverfahren appliziert. Anschließend erfolgte Trocknen und Thermofixieren während 60 Sekunden bei 185 Grad Celsius.

[0057] Die so erhaltenen Muster wurden zusammen mit Mehrfaserband (Acetat, Baumwolle, Poyamid 6,6; Polyester, Polyacrylnitril und Wolle) einer Waschechtheitsprüfung C4A bei 60 Grad Celsius nach Marks & Spencer unterzogen.

[0058] Beurteilt wurden das Anbluten der diversen Begleitgewebe und die Farbtonänderung des gefärbten Gewebes. Beides erfolgte nach dem Graumaßstab (DIN 54002). Die Bewertung erfolgte in den Noten 1 - 5 wobei 5 eine sehr gute, 1 eine schlechte Beurteilung darstellt. Bei dieser Beurteilung wird das Anbluten von Acetat und Nylon bewertet, da diese Substrate am aussagekräftigsten sind.

[0059] Alle nachfolgenden %-Angaben sind Gewichts-%.

[0060] Als Weichmacher (WM) wurden verwendet:

WM1 : milchige Emulsion mit 33 % Aminosilicon der Aminzahl (AZ) 0,3 der Viscosität 1000 und dem Strukturelement Si-C3H6-NH-C2H4-NH2, 6 % Fettalkoholethoxylat (C13 Oxoalkohol mit 6 bis 8 EO), mittlere Teilchengröße um 130 nm.

WM2 : Microemulsion mit 33 % Aminosilicon (wie bei WM1), 13 % Fettalkoholethoxylat (C13 Fettalkohol mit 6 bis 8 EO) und 5 % Co-Emulgator (Butyldiglykol), mittlere Teilchengröße um 30 nm.

WM3 : Macroemulsion mit 35 % Aminosilicon der AZ 0,15, Viscosität 5000, Struktur siehe WM1, 4 % Fettalkoholethoxylat (C13 Fettalkohol mit 10 EO), mittlere Teilchengröße um 180 nm.

WM4: Emulsionskonzentrat mit 40 % Aminosilicon wie in WM1, 6 % Fettalkoholethoxylat (C13 Fettalkohol mit 3 EO), 18 % APEO (Nonylphenol mit 10 EO) und 6 % Co-Emulgator (Butyldiglykol), mittlere Teilchengröße einer 1:5 Verdünnung 25 nm.

WM5: erfindungsgemäße Emulsion aus 17 % Aminosilicon der AZ 0,6 und der Viscosität 1000, Strukturelement siehe WM1, 6 % Alkylpolyglycosid, C8 - C 10 Alkyl mit 1,8 Zuckereinheiten pro Molekül, Teilchengröße um 250 nm.

Beispiel 1:

[0061] Polyestergewebe (PES-Filament) wurde vollflächig mit einer Druckpaste folgender Rezeptur bedruckt:

EP 1 127 975 A1

Polyestergewebe (PES-Filament) wurde vollflächig mit einer Druckpaste folgender Rezeptur bedruckt:

- 500 g Dispersstamm + Calgon
- 20 g Farbstoff: Dianixrot EFB (Dystar)
- 2 g Mononatriumphosphat
- 15 g Eganal PS (Clariant)
- 463 g Ausgleich
-
- 1 kg

[0062] Der Druck wurde durch Thermosolieren (210 Grad Celsius, 60 Sekunden) fixiert und anschließend bei 60 ° C gespült. Es erfolgte eine reduktive Nachreinigung mit 5 g/L Lauge und 3 g/L Hydrosulfit, gefolgt von einem Spülprozess bei 80 °C. Die Probanden wurden am Foulard bei einer Flottenaufnahme von 65 % mit Weichmachern ausgerüstet

- A) 15 g/L Weichmacher 1
- B) 15 g/L Weichmacher 2
- C) 15 g/L Weichmacher 4
- D) 15 g/L Weichmacher 5
- E) 30 g/L Weichmacher 5
- F) Wasser
- G) Unbehandelt

[0063] Die Probanden A - G wurden anschließend 60 Sekunden bei 185 Grad Celsius getrocknet und thermofixiert.
 [0064] Nach der Vorschrift C4A (siehe oben) wurden die Probanden zusammen mit Mehrfaserband gewaschen.

- CA = Viscose
- CO = Baumwolle (Cotton)
- PA 6.6 = Polyamid 6.6
- PES =Polyester

Ergebnis:							
	A	B	C	D	E	F	G
Farbton-Änderung	4 - 5	4 - 5	4 - 5	4 - 5	4 - 5	4-5	4-5
CA	2-3	2	1-2	3	3	3	3-4
CO	4-5	4	3-4	5	5	5	5
PA 6.6	2-3	2	1-2	3	3	3	3-4
PES	4-5	4	3-4	5	5	5	5

Beispiel 2:

[0065] PES- Gewebe (aus texturierten Garnen, vor dem Färben nicht fixiert) wurde im JET mit folgenden als gut fixierecht bekannten Farbstoffkombinationen aus dem Dianix-Sortiment von Dystar gefärbt:

- Rot: Dianix Gelb 4G 0,23 % + Dianix Rot SE 3B 0,51 % + Dianix Rot K2B 0,54 %
- Schwarz: Dianix Orange K3G 0,12 % + Dianix Rot S2G 0,2 % + Dianix schwarz RXNFS 200 % davon 3,5 %

EP 1 127 975 A1

[0066] Die Färbung erfolgte bei pH 4,5 (eingestellt mit Essigsäure) 45 Minuten bei 130 °C unter Zusatz von 1 g/L Dispersogen PN und 2 g/L Na-Acetat.
 Reduktive Nachbehandlung mit 5g/L NaOH 38 ° Be und 3 g/L Na-Hydrosulfit 15 Minuten bei 80 °C.
 Die Probanden wurden in Reihe 1 am Foulard mit FA 65 % mit folgenden Flotten bei pH 6,0 ausgerüstet:

5

- A) 15 g/L Weichmacher 1
- B) 15 g/L Weichmacher 2
- C) 15 g/L Weichmacher 4
- D) 15 g/L Weichmacher 5
- E) 30 g/L Weichmacher 5
- F) Wasser
- G) Unbehandelt

10

[0067] In Reihe 2 wurde 20 Minuten bei 60 Grad im Ausziehverfahren gearbeitet

15

- A) 1,5 % Weichmacher 1
- B) 1,5 % Weichmacher 2
- C) 1,5 % Weichmacher 4
- D) 1,5 % Weichmacher 5
- E) 3,0 % Weichmacher 5
- F) Wasser
- G) Unbehandelt

20

[0068] Wie üblich wurde 1 Minute bei 185 Grad Celsius getrocknet und thermofixiert. Beim Waschen nach M & S in beschriebener Weise zusammen mit DW-Mehrfaserband wurden folgende Werte erhalten:

25

Rotfärbung Foulard/ <u>Ausziehverfahren</u>							
	A	B	C	D	E	F	G
CA	2-3/2-3	2/2	1-2/1-2	3/3	3/3	3/3	3/3
CO	5/5	4-5/4-5	4/4	5/5	5/5	5/5	5/5
PA 6.6	3/3-4	2-3/2-3	2/2	4/4	4/4	4/4	4/4
PES	4-5/4-5	4/4	3-4/3-4	5/5	5/5	5/5	5/5

30

35

Schwarzfärbung Foulard/ <u>Ausziehverfahren</u>							
	A	B	C	D	E	F	G
CA	2-3/3	2/2	1-2/2	3-4/3-4	3-4/3-4	3-4/3-4	3-4/3-4
CO	4-5/4-5	4/4	3-4/3-4	4-5/4-5	4-5/4-5	4-5/4-5	5/5
PA 6.6	3/4	2-3/3	2/2	4/4-5	4/4-5	4/4-5	4-5/4-5
PES	4-5/4-5	3-4/3-4	3/3	4-5/4-5	4-5/4-5	4-5/4-5	5/5

40

45

Beispiel 3:

[0069] PES-Gewebe wurde, wie unter Beispiel 2 beschrieben, auch in Blau gefärbt mit 0,98 % Dianix Dunkelblau KR + Dianix Schwarz KB 0,31 %. Die Probanden wurden in Reihe I foulardiert, in Reihe II im Ausziehverfahren behandelt.

50

Als Weichmacher dienen:

- A) 15 g/L bzw. 1,5 % Weichmacher 1
- B) 15 g/L bzw. 1,5 % Weichmacher 2
- C) 15 g/L bzw. 1,5 % Weichmacher 3
- D) 10 g/L bzw. 1,0 % Weichmacher 4
- E) 30 g/L bzw. 3,0% Weichmacher 5

55

- F) Wasser
- G) Unbehandelt

[0070] Das Foulardieren erfolgte mit 65 % Flottenaufnahme.
 Im Ausziehverfahren wurde 20 Minuten bei 60 Grad Celsius und pH 6 gearbeitet.
 Thermofixiert wurde, wie üblich 1 Minute bei 185 Grad Celsius.

Ergebnisse (Blau) Foulard/ <u>Ausziehverfahren</u>							
	A	B	C	D	E	F	G
CA	<u>3/3</u>	<u>2-3/3</u>	<u>3/3</u>	<u>2/2</u>	<u>4/4</u>	<u>4/4</u>	<u>4/4</u>
CO	<u>4/4</u>	<u>4/4</u>	<u>4/4</u>	<u>3-4/3-4</u>	<u>4-5/4-5</u>	<u>4-5/4-5</u>	<u>4-5/4-5</u>
PA 6.6	<u>2-3/3</u>	<u>2-3/3</u>	<u>3/2-3</u>	<u>2/2</u>	<u>3-4/3-4</u>	<u>3-4/3-4</u>	<u>4/4</u>
PES	<u>4/4</u>	<u>3/3</u>	<u>4/4</u>	<u>3/3</u>	<u>4-5/4-5</u>	<u>4-5/4-5</u>	<u>4-5/4-5</u>

[0071] Als Ergebnis und Schlußfolgerung dieser Versuchsreihen hat sich eindeutig erwiesen:

[0072] Die Waschechtheiten der mit erfindungsgemäßem Weichmacher behandelten Probanden haben sich gegenüber den mit Wasser behandelten Geweben praktisch nicht verschlechtert.

[0073] Konventionelle Weichmacher dagegen ergaben Verschlechterungen bis zu 2 Notenstufen, wobei eine Korrelation zwischen der Notenverschlechterung und dem spezifischen Gehalt an ethoxylierten Emulgatoren beobachtet wurde.

Patentansprüche

1. Flächengebilde enthaltend Polyester, **dadurch gekennzeichnet**, daß es zumindest ein Organopolysiloxan und zumindest ein Alkylpolyglykosid aufweist.
2. Flächengebilde enthaltend Polyester nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es einen Dispersionsfarbstoff oder Druck aufweist.
3. Flächengebilde enthaltend Polyester nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Organopolysiloxan ein aminofunktionelles Organopolysiloxan ist.
4. Flächengebilde enthaltend Polyester nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Gewichtsverhältnis Organopolysiloxan zu dem Alkylpolyglykosid 10 : 1 bis 0,5 : 1 beträgt.
5. Verfahren zur Behandlung eines Flächengebildes, enthaltend Polyester nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß zumindest ein Organopolysiloxan und zumindest ein Alkylpolyglykosid aufgebracht werden.
6. Verfahren zur Behandlung eines Flächengebildes, enthaltend Polyester nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß zumindest ein Organopolysiloxan und zumindest ein Alkylpolyglykosid in Form einer Emulsion aufgebracht werden.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 00 12 7958

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	EP 0 881 325 A (WACKER CHEMIE GMBH) 2. Dezember 1998 (1998-12-02) * Seite 3, Zeile 37 - Zeile 44 * * Beispiele 3-5 * * Ansprüche 1-5 *	1-6	D06M15/643 D06M15/03 D06P1/52 D06P1/48 D06P5/08
X	EP 0 622 397 A (WACKER CHEMIE GMBH) 2. November 1994 (1994-11-02) * Seite 2, Zeile 3 - Zeile 8 * * Seite 2, Zeile 27 - Zeile 39 *	1,3-6	
X	EP 0 879 842 A (HUELS SILICONE GMBH) 25. November 1998 (1998-11-25) * Seite 2, Zeile 40 - Seite 3, Zeile 6 * * Seite 4, Zeile 4 - Zeile 5 * * Seite 4, Zeile 24 - Zeile 28 *	1,3-6	
X	EP 0 094 118 A (PROCTER & GAMBLE) 16. November 1983 (1983-11-16) * Seite 1, Zeile 22 - Seite 2, Zeile 14 * * Seite 11, Zeile 18 - Zeile 34 * * Beispiel A * * Seite 17, Zeile 22 - Zeile 28 *	1,5	
A	EP 0 769 548 A (HUELS CHEMISCHE WERKE AG) 23. April 1997 (1997-04-23) * Zusammenfassung * * Anspruch 15 *	1-6	
A	DE 41 31 551 A (PFERSEE CHEM FAB) 25. März 1993 (1993-03-25) * Seite 2, Zeile 26 - Zeile 45 *	1-6	
A	EP 0 418 479 A (HUELS CHEMISCHE WERKE AG) 27. März 1991 (1991-03-27) * Seite 2, Zeile 20 - Zeile 25 *	1-6	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 25. April 2001	Prüfer Fiocco, M
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPD FORM 1503 03 92 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 12 7958

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

25-04-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0881325 A	02-12-1998	DE 19722680 A	03-12-1998
		BR 9801560 A	14-12-1999
		DE 59800032 D	04-11-1999
		ES 2139467 T	01-02-2000
		JP 2868763 B	10-03-1999
		JP 10331074 A	15-12-1998
		US 6042615 A	28-03-2000
EP 0622397 A	02-11-1994	DE 4306796 A	08-09-1994
		AT 139548 T	15-07-1996
		DE 59400365 D	25-07-1996
		JP 2693374 B	24-12-1997
		JP 6340811 A	13-12-1994
		US 5466746 A	14-11-1995
EP 0879842 A	25-11-1998	DE 19721699 A	26-11-1998
EP 0094118 A	16-11-1983	AT 21926 T	15-09-1986
		CA 1209005 A	05-08-1986
		DE 3365810 D	09-10-1986
		GR 78555 A	27-09-1984
		IE 55426 B	12-09-1990
		JP 2074411 C	25-07-1996
		JP 5000438 B	05-01-1993
		JP 59025896 A	09-02-1984
		US 4493773 A	15-01-1985
EP 0769548 A	23-04-1997	DE 19538751 A	24-04-1997
		JP 9202893 A	05-08-1997
DE 4131551 A	25-03-1993	KEINE	
EP 0418479 A	27-03-1991	DE 3925846 A	14-02-1991
		DE 59008122 D	09-02-1995
		ES 2065435 T	16-02-1995
		JP 3068440 A	25-03-1991
		US 5133897 A	28-07-1992
		US 5268126 A	07-12-1993

EPC FORM P/0481

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82