



(11) **EP 1 947 233 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
23.07.2008 Patentblatt 2008/30

(21) Anmeldenummer: **07100838.7**

(22) Anmeldetag: **19.01.2007**

(51) Int Cl.:
D06M 11/79 (2006.01) **D06M 13/432** (2006.01)
D06M 15/21 (2006.01) **D06M 15/233** (2006.01)
D06M 15/256 (2006.01) **D06M 15/263** (2006.01)
D06M 15/277 (2006.01) **D06M 15/333** (2006.01)
D06M 15/423 (2006.01) **D06M 15/643** (2006.01)
D06M 23/08 (2006.01)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI
SK TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL BA HR MK RS

(71) Anmelder: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen (DE)

(72) Erfinder: **Die Erfindernennung liegt noch nicht vor**

(54) **Verfahren zur Herstellung eines beschichteten Textils**

(57) Verfahren zur Herstellung eines beschichteten Textils, dadurch gekennzeichnet, dass man ein textiles Substrat behandelt mit einer wässrigen Flotte, enthaltend

(A) mindestens einem Feststoff in partikulärer Form mit einem mittleren Partikeldurchmesser im Bereich von 1 bis 500 nm,

(B) mindestens einem hydrophoben Polymer,
(C) mindestens einem Kondensationsprodukt von mindestens einer Aminogruppenhaltigen Verbindung und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol.

EP 1 947 233 A1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines beschichteten Textils, dadurch gekennzeichnet, dass man ein textiles Substrat behandelt mit einer wässrigen Flotte, enthaltend

(A) mindestens einem Feststoff in partikulärer Form mit einem mittleren Partikeldurchmesser im Bereich von 1 bis 500 nm,

(B) mindestens einem hydrophoben Polymer,

(C) mindestens einem Kondensationsprodukt von mindestens einer Aminogruppenhaltigen Verbindung und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol.

[0002] Seit einigen Jahren beschichtet man Textil mit partikulären Stoffen, um die Schmutz abweisenden Eigenschaften zu verbessern, siehe beispielsweise EP-A 1 296 283.

[0003] In WO 02/84013 wird vorgeschlagen, Fasern beispielsweise aus Polyester dadurch zu hydrophobieren, dass man sie durch ein auf 80°C erhitztes Bad aus Decalin, in dem 1 % hydrophobiertes Kieselgel Aerosil 8200 suspendiert wurde, hindurchzieht.

[0004] In WO 02/84016 wird vorgeschlagen, Polyestergewebe dadurch zu hydrophobieren, dass man es durch ein Bad aus auf 50°C erwärmtes DMSO (Dimethylsulfoxid), in dem 1 % hydrophobiertes Kieselgel Aeroperl 8200 suspendiert wurde, hindurchzieht.

[0005] Beiden Methoden zur Hydrophobierung ist gemeinsam, dass das Lösemittel so gewählt wird, dass die Fasern partiell gelöst werden. Dazu ist es erforderlich, dass man große Mengen an organischem Lösemittel einsetzt, was in vielen Fällen unerwünscht ist. Außerdem kann durch Behandlung mit organischen Lösemitteln die mechanische Festigkeit der Fasern beeinflusst werden.

[0006] Um den Gebrauch von großen Mengen an organischen Lösungsmitteln zu vermeiden, wird vorgeschlagen, dass man das betreffende Textil mit einer vorzugsweise wässrigen Formulierung behandelt, die Partikel enthält, die mit Hilfe eines oder mehrerer Dispergiermittel dispergiert werden, siehe beispielsweise WO 2004/074568 und WO 2005/113883.

[0007] Ein Problem ist in vielen Fällen, die Haftung der Partikel auf dem betreffenden Textil zu verbessern, ohne die die Schmutz abweisende Wirkung auf die Dauer nicht zu erhalten ist.

[0008] Zur Verbesserung der Haftung schlagen WO 2004/074568 und WO 2005/113883 vor, eine sogenannte Haftschrift, beispielsweise mit Hilfe eines sogenannten Primers aufzubringen. Als Primer schlagen WO 2004/074568 und WO 2005/113883 insbesondere N,N-Dimethylol-4,5-diethylenharnstoff (DMDHEU) vor. Diese Haftschrift soll separat aufgetragen werden, und zwar vor dem Aufbringen der Partikel.

[0009] Es bestand jedoch die Aufgabe, die im Stand der Technik vorgeschlagene Verfahren weiter zu verbessern.

[0010] Dementsprechend wurde das eingangs definierte Verfahren gefunden.

[0011] Unter Textil oder auch textilen Materialien sind im Rahmen der vorliegenden Erfindung beispielsweise Fasern, Vorgarn, Garn, Zwirn einerseits und textile Flächengebilde andererseits wie beispielsweise Webwaren, Maschenwaren, Vliese und Bekleidungsstücke zu verstehen. Besonders bevorzugt sind textile Flächengebilde, die beispielsweise zur Herstellung von Textil im Außenbereich verwendet werden. Beispielhaft seien Segel, Sonnen- und Regenschirme, Planen, Zeltbahnen, Tischdecken, Markisenstoffe und Möbelbespannungen beispielsweise für Stühle, Schaukeln oder Bänke genannt.

[0012] Textil bzw. textile Materialien im Sinne der vorliegenden Erfindung können aus unterschiedlichen Stoffen bestehen. Genannt seien Naturfasern und Synthefasern sowie Mischfasern. Unter Naturfasern seien beispielsweise Seide, Wolle und Baumwolle genannt. Unter Synthefasern seien beispielhaft Polyamid, Polyester, Polypropylen, Polyacrylnitril, Polyethylenterephthalat und Viskose genannt. Auch modifizierte Naturfasern lassen sich nach dem erfindungsgemäßen Verfahren beschichten, beispielsweise Celluloseacetat.

[0013] Das erfindungsgemäße Verfahren geht aus von einer wässrigen Flotte. Unter wässriger Flotte im Sinne der vorliegenden Erfindung sind solche Flotten zu verstehen, die, bezogen auf bei Raumtemperatur flüssige Anteile, mindestens 5 Gew.-% Wasser enthalten können. Bevorzugt enthält wässrige Flotte mindestens 25 Gew.-% Wasser, besonders bevorzugt mindestens 50 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt mindestens 75 Gew.-%. Der maximale Wassergehalt, bezogen auf bei Raumtemperatur flüssige Anteile, beträgt 100 Gew.-%, bevorzugt sind 97 Gew.-%, besonders bevorzugt 95 Gew.-%.

[0014] Erfindungsgemäß eingesetzte wässrige Flotte kann neben Wasser organische Lösemittel enthalten, beispielsweise Methanol, Ethanol, Isopropanol, Aceton, Methyläthylketon, Methylisobutylketon, Ethylenglykol-mono-n-Butylether (Butylglykol), Ethylenglykol-mono-iso-Butylether, Essigsäure, n-Butanol, iso-Butanol, n-Hexanol und Isomere, n-Octanol und Isomere, n-Dodecanol und Isomere. Organische Lösemittel können 0,2 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 35 Gew.-% der erfindungsgemäß eingesetzten wässrigen Flotte ausmachen. Eine wässrige Flotte mit einem Wassergehalt an 100 Gew.-%, bezogen auf bei Raumtemperatur flüssige Anteile, enthält dementsprechend keine organischen Löse-

mittel.

[0015] Die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte wässrige Flotte enthält mindestens einen Feststoff in partikulärer Form, im Rahmen der vorliegenden Erfindung auch Feststoff (A) genannt.

[0016] In einer Ausführungsform ist der Anteil von Feststoff (A) mindestens 5,5 g/l wässrige Flotte, bevorzugt mindestens 7 g/l, besonders bevorzugt mindestens 10 g/l.

[0017] Der maximale Anteil kann bei etwa 150 g/l Flotte liegen, bevorzugt maximal 25 g/l. Feststoff (A) kann anorganischer oder organischer Natur sein, bevorzugt ist er anorganisch.

[0018] Beispiele für geeignete Feststoffe (A) sind Polyethylen, Polypropylen, Polyisobutylen und Polystyrol sowie Copolymere derselben miteinander oder mit einem oder mehreren weiteren Olefinen wie beispielsweise Styrol, Methylacrylat, Ethylacrylat, Methylmethacrylat, Butylacrylat, Butylmethacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Maleinsäureanhydrid oder N-Methylmaleinimid. Ein bevorzugtes Polyethylen oder Polypropylen wird beispielsweise in EP-A 0 761 696 beschrieben.

[0019] Besonders geeignete Feststoffe (A) sind anorganische Materialien, insbesondere feste anorganische Oxide, Carbonate, Phosphate, Silikate oder Sulfate der Gruppen 3 bis 14 des Periodensystems der Elemente, beispielsweise Calciumoxid, Siliziumdioxid oder Aluminiumoxid, Calciumcarbonat, Calciumsulfat oder Calciumsilikat, wobei Aluminiumoxid und Siliziumdioxid bevorzugt sind. Besonders bevorzugt ist Siliziumdioxid in seiner Modifikation als Kieselgel. Ganz besonders bevorzugt sind pyrogene Kieselgele. Feste anorganische Oxide können thermisch durch Erhitzen auf 400 bis 800°C oder bevorzugt durch physisorbierte oder chemisorbierte organische oder metallorganische Verbindungen hydrophobiert werden. Dazu setzt man Partikel vor dem Beschichtungsschritt beispielsweise mit metallorganischen Verbindungen um, die wenigstens eine funktionelle Gruppe enthalten, beispielsweise Alkyl-Lithiumverbindungen wie Methylolithium, n-Butyllithium oder n-Hexyllithium; oder Silane wie beispielsweise Hexamethyldisilazan, Octyltrimethoxysilan und insbesondere halogenierte Silane wie Trimethylchlorsilan oder Dichlordimethylsilan.

[0020] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man eine Mischung von hydrophobiertem festem anorganischen Oxid mit korrespondierendem nichthydrophobiertem anorganischen Oxid ein, beispielsweise in Gewichtsanteilen von 100 : 0 bis 0 : 100 bevorzugt 99 : 1 bis 60 : 40, besonders bevorzugt 99 : 1 bis 80 : 20.

[0021] Unter hydrophob wird im Zusammenhang mit dem oder den Feststoffen (A) verstanden, dass seine bzw. ihre Löslichkeit in Wasser unter 1 g/l liegt, bevorzugt unter 0,3 g/l, bestimmt bei Zimmertemperatur.

[0022] Feststoff (A) kann mit Wasser einen Kontaktwinkel von 90° oder mehr haben, bestimmt bei Zimmertemperatur.

[0023] Feststoffe (A) können, wenn sie aus anorganischem Material sind, vorzugsweise poröser Natur sein. Die poröse Struktur lässt sich am besten durch die BET-Oberfläche, gemessen nach DIN 66131, charakterisieren. Eingesetzte Feststoffe (A) können bevorzugt eine BET-Oberfläche im Bereich von 5 bis 1000 m²/g, bevorzugt von 10 bis 800 m²/g und besonders bevorzugt von 20 bis 500 m²/g.

[0024] Feststoff (A) liegt in partikulärer Form vor. Der mittlere Partikeldurchmesser (Medianwert, Zahlenmittel) liegt bei mindestens 1 nm, bevorzugt mindestens 3 nm und besonders bevorzugt mindestens 6 nm. Der maximale Partikeldurchmesser (Medianwert, Zahlenmittel) liegt bei 500 nm, bevorzugt bei 350 nm und besonders bevorzugt bei 100 nm. Zur Messung des Partikeldurchmessers kann man sich gängiger Methoden bedienen wie beispielsweise Transmissionselektronenmikroskopie.

[0025] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung liegt mindestens ein Feststoff (A) in Form sphärischer Partikel vor, wobei damit solche Feststoffe (A) umfasst sein sollen, von denen mindestens 75 Gew.-%, bevorzugt mindestens 90 Gew.-% in sphärischer Form vorliegen und weitere Partikel in granulärer Form vorliegen können.

[0026] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann mindestens ein Feststoff (A) Aggregate und/oder Agglomerate bilden. Beim Vorliegen eines Feststoffs (A) in Form von Aggregaten und/oder Agglomeraten, die aus 2 bis mehreren tausend Primärpartikeln bestehen können und ihrerseits sphärische Form aufweisen können, beziehen sich die Angaben auf Form und Größe der Partikel auf die Primärpartikel.

[0027] Die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte wässrige Flotte enthält mindestens ein hydrophobes Polymer (B).

[0028] Bei einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei mindestens einem hydrophoben Polymer um ein Polymer oder Copolymer von ethylenisch ungesättigten hydrophoben Monomeren, die in Wasser eine Löslichkeit von weniger als 1 g/l haben, bestimmt bei 25°C. In Copolymeren machen hydrophobe Monomere mindestens 50 Gew.-%, bevorzugt mindestens 75 Gew.-% des Copolymers aus.

[0029] Bevorzugte Monomere sind gewählt aus den Gruppen der C₂-C₂₄-Olefine, insbesondere α -Olefine mit 2 bis 24 C-Atomen, beispielsweise Ethylen, Propylen, 1-Buten, Isobuten, 1-Hexen, 1-Octen, 1-Decen, 1-Dodecen, 1-Hexadecen oder 1-Octadecen; Vinylaromaten, beispielsweise Styrol, α -Methylstyrol, cis-Stilben, trans-Stilben, Diolefine wie beispielsweise 1,3-Butadien, Cyclopentadien, Chloropren oder Isopren, C₅-C₁₈-Cycloolefine wie beispielsweise Cyclopenten, Cyclohexen, Norbornen, dimeres Cyclopentadien, Vinylester von linearen oder verzweigten C₁-C₂₀-Alkancarbonsäuren wie beispielsweise Vinylacetat, Vinylpropionat, Vinyl-n-butyrat, Vinyl-n-hexanoat, Vinyl-n-octanoat, Vinyllaurat und Vinylstearat,

(Meth)acrylsäureester von C₁-C₂₀-Alkoholen, beispielsweise Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat, n-Propyl(meth)acrylat, iso-Propyl(meth)acrylat, n-Butyl(meth)acrylat, iso-Butyl(meth)acrylat, tert.-Butyl(meth)acrylat, 2-Ethylhexyl(meth)acrylat, n-Octyl(meth)acrylat, n-Decyl(meth)acrylat, n-Dodecyl(meth)acrylat, n-Eicosyl(meth)acrylat und ganz besonders bevorzugt aus den Gruppen der halogenierten Monomere und der Monomere mit Siloxangruppen.

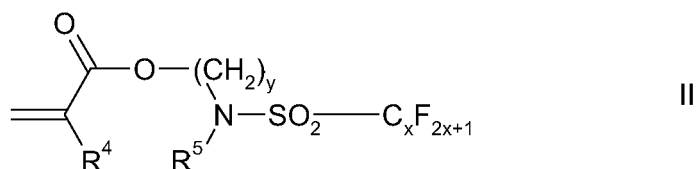
[0030] Hydrophobe Polymere (B), die mindestens ein halogeniertes (Co)monomer einpolymerisiert enthalten, werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung auch als halogenierte (Co)polymere (B) bezeichnet.

[0031] Zu halogenierten Monomeren gehören chlorierte Olefine wie beispielsweise Vinylchlorid und Vinylidenchlorid. Besonders bevorzugt handelt es sich bei hydrophobem Polymer (B) um ein fluoriertes (Co)polymer.

[0032] Ganz besonders bevorzugte halogenierte Monomere sind fluorhaltige Olefine wie beispielsweise Vinylidenfluorid, Trifluorchlorethylen, Tetrafluorethylen, Hexafluorpropylen, Vinylester von fluorierten oder perfluorierten C₃-C₁₁-Carbonsäuren wie beispielsweise in US 2,592,069 und US 2,732,370 beschrieben,

(Meth)acrylsäureester von fluorierten oder perfluorierten Alkoholen wie beispielsweise fluorierten oder perfluorierten C₃-C₁₄-Alkylalkoholen, beispielsweise (Meth)acrylsäureester von HO-CH₂-CH₂-CF₃, HO-CH₂-CH₂-C₂F₅, HO-CH₂-CH₂-n-C₃F₇, HO-CH₂-CH₂-iso-C₃F₇, HO-CH₂-CH₂-n-C₄F₉, HO-CH₂-CH₂-n-C₆F₁₃, HO-CH₂-CH₂-n-C₈F₁₇, HO-CH₂-CH₂-n-C₁₀F₂₁, HO-CH₂-CH₂-n-C₁₂F₂₅, beschrieben beispielsweise in US 2,642,416, US 3,239,557, BR 1,118,007, US 3,462,296.

[0033] Auch Copolymere von beispielsweise Glycidyl(meth)acrylat mit Estern der Formel II



in denen die Variablen wie folgt definiert sind:

R⁴ Wasserstoff, CH₃, C₂H₅,

R⁵ CH₃, C₂H₅,

x eine ganze Zahl im Bereich von 4 bis 12, ganz besonders bevorzugt 6 bis 8

y eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 11, bevorzugt 1 bis 6,

oder Glycidyl(meth)acrylat mit Vinylestern von fluorierten Carbonsäuren sind geeignet.

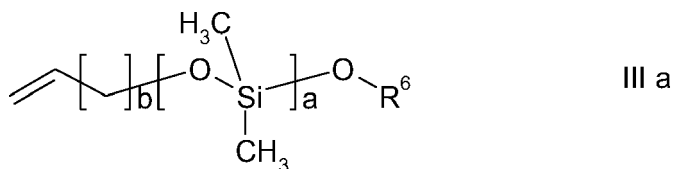
[0034] Weitere geeignete Copolymere sind Copolymerisate von (Meth)acrylsäureestern fluorierter oder perfluorierter C₃-C₁₂-Alkylalkohole wie beispielsweise HO-CH₂-CH₂-CF₃, HO-CH₂-CH₂-C₂F₅, HO-CH₂-CH₂-n-C₃F₇, HO-CH₂-CH₂-iso-C₃F₇, HO-CH₂-CH₂-n-C₄F₉, HO-CH₂-CH₂-n-C₅F₁₁, HO-CH₂-CH₂-n-C₆F₁₃, HO-CH₂-CH₂-n-C₇F₁₅;

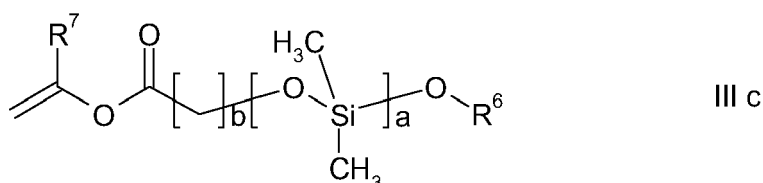
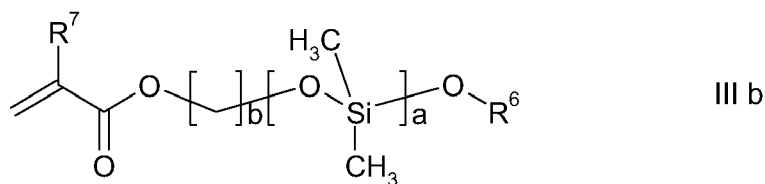
mit (Meth)acrylsäureestern nicht-halogenierter C₁-C₂₀-Alkohole, beispielsweise Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat, n-Butyl(meth)acrylat, n-Propyl(meth)acrylat, 2-Ethylhexyl(meth)acrylat, n-Octyl(meth)acrylat, n-Decyl(meth)acrylat, n-Dodecyl(meth)acrylat, n-Eicosyl(meth)acrylat, oder mit ethylenisch ungesättigten Carbonsäuren wie (Meth)acrylsäure.

[0035] Eine Übersicht über geeignete halogenierte (Co)polymere (B) findet sich beispielsweise in M. Lewin et al., Chemical Processing of Fibers and Fabrics, Part B, 2. Band, Marcel Dekker, New York (1984), Seite S. 172 ff. und S. 178 - 182.

[0036] Weitere geeignete fluorierte Polymere sind beispielsweise in DE 199 120 810 offengelegt.

[0037] Aus der Gruppe der Olefine mit Siloxangruppen seien Olefine der allgemeinen Formeln III a bis III c





genannt, in denen die Variablen wie folgt definiert sind:

20 R^6 ist gewählt aus

C_1 - C_{18} -Alkyl, beispielsweise Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, n-Heptyl, iso-Heptyl, n-Octyl, n-Nonyl, n-Decyl, n-Dodecyl, n-Tetradecyl, n-Hexadecyl, n-Octadecyl; bevorzugt C_1 - C_6 -Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, besonders bevorzugt C_1 - C_4 -Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl und tert.-Butyl und ganz besonders Methyl.

25 C_6 - C_{14} -Aryl, beispielsweise Phenyl, 1-Naphthyl, 2-Naphthyl, 1-Anthryl, 2-Anthryl, 9-Anthryl, 1-Phenanthryl, 2-Phenanthryl, 3-Phenanthryl, 4-Phenanthryl und 9-Phenanthryl, bevorzugt Phenyl, 1-Naphthyl und 2-Naphthyl, besonders bevorzugt Phenyl

30 C_3 - C_{12} -Cycloalkyl, beispielsweise Cyclopropyl, Cyclobutyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Cycloheptyl, Cyclooctyl, Cyclononyl, Cyclodecyl, Cycloundecyl und Cyclododecyl; bevorzugt sind Cyclopentyl, Cyclohexyl und Cycloheptyl oder $Si(CH_3)_3$.

R^7 ist Methyl oder Wasserstoff.

35 a ist eine ganze Zahl im Bereich von 2 bis 10.000, insbesondere bis 100,

b ist eine ganze Zahl im Bereich von 0 bis 6, insbesondere 1 bis 2.

40 **[0038]** Wenn es sich bei Feststoff (A) um ein organisches Polymer handelt, so ist hydrophoben Polymer (B) verschieden von Feststoff (A), und bevorzugt ist hydrophobes Polymer (B) ein vorzugsweise halogeniertes Polymer (B) und insbesondere ein fluoriertes Polymer.

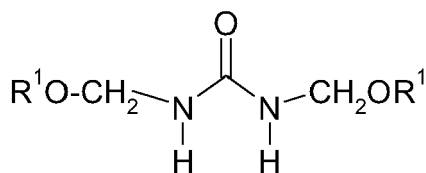
45 **[0039]** Im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte wässrige Flotte enthält weiterhin (C) mindestens ein Kondensationsprodukt von mindestens einer Aminogruppenhaltigen Verbindung und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol, im Rahmen der vorliegenden Erfindung auch kurz "Kondensationsprodukt (C)" genannt.

[0040] Bei Aminogruppenhaltigen Verbindungen handelt es sich um organische Verbindungen mit mindestens einer, bevorzugt mindestens zwei und besonders bevorzugt genau zwei oder drei primären Aminogruppen pro Molekül. Beispielsweise kann es sich um 1,2-Ethylendiamin oder 1,3-Propylendiamin handeln. Bevorzugt wird als Aminogruppenhaltige Verbindung Harnstoff gewählt.

[0041] Bei Aldehyden handelt es sich um vorzugsweise aliphatische Aldehyde wie Acetaldehyd und insbesondere Formaldehyd.

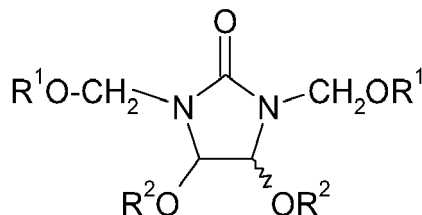
[0042] Bei Dialdehyden handelt es sich um vorzugsweise aliphatische Dialdehyde wie Glutardialdehyd, Succindialdehyd und insbesondere Glyoxal.

55 **[0043]** In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei Kondensationsprodukt (C) um eine Verbindung der allgemeinen Formel IV.



IV

[0044] In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei Kondensationsprodukt (C) um eine Verbindung der allgemeinen Formel I,



I

wobei die Variablen in Formel I und IV jeweils wie folgt definiert sind:

R¹ jeweils verschieden oder vorzugsweise gleich und gewählt aus C₁-C₆-Alkyl, verzweigt oder vorzugsweise unverzweigt, ausgewählt aus Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, besonders bevorzugt lineares C₁-C₄-Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, und n-Butyl, (CHCH₃-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CHCH₃-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, bevorzugt (CH₂CH₂O)_mR³, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist, und vorzugsweise Wasserstoff.

R² so vorhanden - jeweils verschieden oder vorzugsweise gleich und gewählt aus C₁-C₆-Alkyl, verzweigt oder vorzugsweise unverzweigt, ausgewählt aus Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, besonders bevorzugt lineares C₁-C₄-Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, und n-Butyl, (CHCH₃-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CHCH₃-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, bevorzugt (CH₂CH₂O)_mR³, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist, und vorzugsweise Wasserstoff.

R³ wird gewählt aus Wasserstoff und C₁-C₂₀-Alkyl, bevorzugt Ethyl und insbesondere Methyl.

[0045] Besonders bevorzugt sind in Formel I die Variablen R¹ und R² jeweils gleich.

[0046] Ganz besonders bevorzugt handelt es sich bei Kondensationsprodukt (C) um N,N-Dimethylol-4,4-dihydroxyethylengarnstoff (DMDHEU).

[0047] Die wässrige Flotte, die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt wird, kann eine oder mehrere oberflächenaktive Verbindungen (D) enthalten gewählt beispielsweise aus der Gruppe der ionischen und nichtionischen Emulgatoren.

[0048] Als oberflächenaktive Verbindungen (D) geeignete nichtionische Emulgatoren sind z.B. ethoxylierte Mono-, Di- und Tri-Alkylphenole (Ethoxylierungs-Grad: 3 bis 50, Alkylrest: C₄-C₁₂) sowie ethoxylierte Fettalkohole (Ethoxylierungs-Grad: 3 bis 80; Alkylrest: C₈-C₃₆). Beispiele hierfür sind die Lutensol®-Marken der BASF Aktiengesellschaft.

[0049] Als oberflächenaktive Verbindungen (D) geeignete anionische Emulgatoren sind z.B. Alkalimetall- und Ammoniumsalze von Alkylsulfaten (Alkylrest: C₈ bis C₁₂), von Schwefelsäurehalbestern ethoxylierter Alkanole (Ethoxylierungs-Grad: 4 bis 30, Alkylrest: C₁₂-C₁₈) und ethoxylierter Alkylphenole (Ethoxylierungs-Grad: 3 bis 50, Alkylrest: C₄-C₁₂), von Alkylsulfonsäuren (Alkylrest: C₁₂-C₁₈) und von Alkylarylsulfonsäuren (Alkylrest: C₉-C₁₈).

[0050] Geeignete kationische Emulgatoren sind in der Regel einen C₆-C₁₈-Alkyl-, -Aralkyl- oder heterocyclischen Rest aufweisende primäre, sekundäre, tertiäre oder quartäre Ammoniumsalze, Alkanolammoniumsalze, Pyridiniumsalze, Imidazoliniumsalze, Oxazoliniumsalze, Morphiniumsalze, Thiazoliniumsalze sowie Salze von Aminoxiden, Chinolin-

iums Salze, Isochinoliniums Salze, Tropyliums Salze, Sulfoniums Salze und Phosphoniums Salze. Beispielhaft genannt seien Dodecylammoniumacetat oder das entsprechende Hydrochlorid, die Chloride oder Acetate der verschiedenen 2-(N,N,N-Trimethylammonium)ethylparaffinsäureester, N-Cetylpyridiniumchlorid, N-Laurylpyridiniumsulfat sowie N-Cetyl-N,N,N-trimethylammoniumbromid, N-Dodecyl-N,N,N-trimethylammoniumbromid, N,N-Distearyl-N,N-dimethylammoniumchlorid sowie das Gemini-Tensid N,N'-(Lauryldimethyl)ethylendiamindibromid. Zahlreiche weitere Beispiele finden sich in H. Stache, Tensid-Taschenbuch, Carl-Hanser-Verlag, München, Wien, 1981 und in McCutcheon's, Emulsifiers & Detergents, MC Publishing Company, Glen Rock, 1989.

[0051] Besonders bevorzugte kationische Emulgatoren sind alkoxylierte Fettamine, insbesondere ethoxylierte C₁₀-C₂₀-Fettamine mit einem Ethoxylierungsgrad von im Mittel 2 bis 12.

[0052] Als oberflächenaktive Verbindungen (D) ganz besonders geeignete Emulgatoren polymere Emulgatoren. Zu nennen sind beispielsweise Copolymerisate von Ethen und mindestens einer α,β -ungesättigten Mono- oder Dicarbonsäure oder mindestens einem Anhydrid einer α,β -ungesättigten Mono- oder Dicarbonsäure, beispielsweise Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Methylenmalonsäure, Maleinsäureanhydrid, Itaconsäureanhydrid. Die Carboxylgruppen können partiell oder vorzugsweise vollständig neutralisiert sein, beispielsweise mit Alkalimetallionen, Erdalkalimetallionen, Ammonium oder Aminen, beispielsweise Amine wie Triethylamin, Diethylamin, Ethylamin, Trimethylamin, Dimethylamin, Methylamin, Ethyldiisopropylamin, Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, N-Methyldiethanolamin, N-(n-Butyl)diethanolamin oder N,N-Dimethylethanolamin.

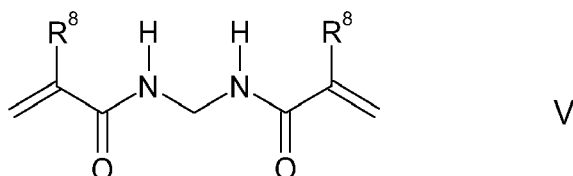
[0053] Der Anteil an oberflächenaktiver Verbindung (D) lässt sich in weiten Grenzen wählen und kann null bis 100 g/l betragen, bevorzugt 0,2 bis 10 g/l.

[0054] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte wässrige Flotte einen oder mehrere Zusätze (E) enthalten. Geeignet sind beispielsweise Netzmittel, Entschäumer (Schauminhibitoren), Belüftungsmittel, Vernetzer (Härter), Verlaufshilfsmittel und Verdickungsmittel sowie insbesondere Polyvinylacetat, Polyvinylalkohol oder teilverseiftes Polyvinylacetat.

[0055] Als Zusatz (E) kann man ein oder mehrere Netzmittel einsetzen, beispielhaft sind Alkylpolyglycoside, Alkylphosphonate, Alkylphenylphosphonate, Alkylphosphate und Alkylphenylphosphate zu nennen.

[0056] Als Zusatz (E) kann man ein oder mehrere Entschäumer (Schauminhibitoren) einsetzen, beispielhaft sind bei Zimmertemperatur flüssige Silikone, nicht ethoxyliert oder ein- oder mehrfach ethoxyliert, zu nennen.

[0057] Als Zusatz (E) kann man ein oder mehrere Verdickungsmittel zusetzen, das bzw. die beispielsweise natürlichen oder synthetischen Ursprungs sein können. Geeignete synthetische Verdickungsmittel sind Poly(meth)acrylverbindungen, Polycarbonsäuren, Polyether, Polyimine, Polyamide wie beispielsweise Polyacrylamid, und Polyurethane. Insbesondere sind Copolymere mit 85 bis 95 Gew.-% Acrylsäure, 4 bis 15 Gew.-% Acrylamid und etwa 0,01 bis 1 Gew.-% des (Meth)acrylamidderivats der Formel V



mit Molekulargewichten M_w im Bereich von 100.000 bis 2.000.000 g/mol zu nennen, in denen R^8 für Methyl oder vorzugsweise Wasserstoff steht. Als Beispiele für Verdickungsmittel natürlichen Ursprungs seien genannt: Agar-Agar, Carrageen, modifizierte Stärke und modifizierte Cellulose.

[0058] Als Zusatz (E) kann man ein oder mehrere Vernetzer (Härter) einsetzen. Beispiele sind Isocyanurate und insbesondere hydrophilierte Isocyanurate sowie gemischte hydrophilierte Diisocyanate/Isocyanurate, beispielsweise mit C₁-C₄-Alkylpolyethylenglykol umgesetztes Isocyanurat von Hexamethylendiisocyanat (HDI). Beispiele für derartige Vernetzer sind beispielsweise aus EP-A 0 486 881 bekannt. Weitere Beispiele sind Oximverschlossene Isocyanate/Diisocyanate/Isocyanurate, insbesondere Butoxim-verschlossene Diisocyanate und Butoxim-verschlossene Isocyanurate.

[0059] Als Zusatz (E) kann man ein oder mehrere Verlaufshilfsmittel einsetzen, beispielsweise Ethylenglykol.

[0060] Als Zusatz (E) kann man ein oder mehrere Belüftungsmittel einsetzen, beispielsweise einen oder mehrere Guerbetalkohole, einfach oder bis zu zehnfach ethoxyliert.

[0061] Als bevorzugten Zusatz (E) kann man Polyvinylacetat, Polyvinylalkohol oder teilverseiftes Polyvinylacetat einsetzen, insbesondere zu 0,1 bis 75 mol.-% teilverseiftes Polyvinylacetat. Weitere bevorzugte Zusätze (E) sind Mischungen von Polyvinylacetat oder teilverseiftem Polyvinylacetat und Polyvinylalkohol.

[0062] Als Zusatz (E) kann man schwache Säuren oder schwache Basen als pH-Wert-Regulatoren einsetzen. Geeignet sind beispielsweise Ammoniumsalze wie NH_4Cl und $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Weiterhin sind Carbonsäuren geeignet wie

beispielsweise Essigsäure oder Zitronensäure.

[0063] Als Zusatz (E) kann man ein oder mehrere Biozide einsetzen. Beispiele für Biozide sind beispielsweise 1,2-Benzisothiazolin-3-on ("BIT") (kommerziell erhältlich als Proxel®-Marken der Fa. Avecia Lim.) und dessen Alkalimetallsalze zu nennen, andere geeignete Biozide sind 2-Methyl-2H-isothiazol-3-on ("MIT") und 5-Chlor-2-methyl-2H-isothiazol-3-on ("CIT"). Im Allgemeinen sind 10 bis 150 ppm Biozid ausreichend, bezogen auf wässrige Flotte.

[0064] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung enthält die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte wässrige Flotte:

im Bereich von 5,5 bis 150 g/l, bevorzugt 6 bis 25 g/l an Feststoff (A),
im Bereich von 10 bis 60 g/l, bevorzugt 15 bis 40 g/l an hydrophobem Polymer (B),
im Bereich von 50 bis 150 g/l, bevorzugt 60 bis 120 g/l an Kondensationsprodukt (C), null bis 20 g/l, bevorzugt 3 bis 10 g/l an oberflächenaktiver Verbindung (D), insgesamt null bis insgesamt 150 g/l, bevorzugt 25 bis 100 g/l an Zusätzen (E).

[0065] Der Rest ist beispielsweise kontinuierliche Phase.

[0066] Das erfindungsgemäße Verfahren führt man so durch, dass man textiles Material mit der wässrigen Flotte behandelt.

[0067] Die Temperatur zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist an sich unkritisch. Die Flottentemperatur liegt kann im Bereich von 10 bis 80°C liegen, bevorzugt 15 bis 60°C.

[0068] Die Flottenaufnahme kann man so wählen, dass durch das erfindungsgemäße Verfahren eine Flottenaufnahme von 25 Gew.-% bis 85 Gew.-%, bevorzugt 30 bis 70 Gew.-% resultiert.

[0069] Das erfindungsgemäße Verfahren kann in gängigen Maschinen durchgeführt werden, die für die Ausrüstung von Textilien eingesetzt werden, beispielsweise Foulards. Bevorzugt sind Foulards mit senkrechtem Textileinzug, die als wesentliches Element zwei aufeinandergepresste Rollen enthalten, durch die das Textil geführt wird. Oberhalb der Rollen ist die Flüssigkeit eingefüllt und benetzt das Textil. Durch den Druck wird das Textil abgequetscht und ein konstanter Auftrag gewährleistet.

[0070] Im Anschluss an die erfindungsgemäße Behandlung kann man das behandelte Textil nach in der Textilindustrie üblichen Methoden trocknen.

[0071] Im Anschluss an die erfindungsgemäße Behandlung kann man thermisch behandeln, und zwar kontinuierlich oder diskontinuierlich. Die Dauer der thermischen Behandlung kann man in weiten Grenzen wählen. Üblicherweise kann man über die Dauer von etwa 10 Sekunden bis etwa 30 Minuten, insbesondere 30 Sekunden bis 5 Minuten thermisch behandeln. Zur Durchführung einer thermischen Behandlung erhitzt man auf Temperaturen von bis zu 180°C, bevorzugt bis zu 150°C. Natürlich ist es erforderlich, die Temperatur der thermischen Behandlung an die Empfindlichkeit des Gewebes anzupassen.

[0072] Geeignete Methode zur thermischen Behandlung ist beispielsweise eine Heißlufttrocknung.

[0073] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Textilien, beschichtet nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, im Folgenden auch als erfindungsgemäßes Textil bezeichnet. In erfindungsgemäßigem Textil ist die Beschichtung in einer Schicht angeordnet. Erfindungsgemäßes Textil zeichnet sich nicht nur durch gute Echtheiten wie beispielsweise Reibechtheiten aus, sondern auch sehr gute Schmutz abweisende Wirkung, geringe Wasserdurchlässigkeit sowie hohe Steifigkeit und geringe Wasserdurchlässigkeit. Erfindungsgemäßes Textil ist besonders gut zur Herstellung von Textilien für den Außenbereich geeignet, beispielsweise für Sonnenschirme und Markisen, aber auch zur Bespannung von Möbeln.

[0074] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von erfindungsgemäßigem Textil als oder zur Herstellung von Markisenstoffen, Verdecken oder Planen. Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Markisenstoffe, Verdecke oder Planen, hergestellt unter Verwendung von erfindungsgemäßigem Textil.

[0075] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wässrige Flotten, enthaltend

(A) mindestens einen Feststoff in partikulärer Form mit einem mittleren Partikeldurchmesser im Bereich von 1 bis 500 nm, kurz auch Feststoff (A) genannt,

(B) mindestens ein hydrophobes Polymer, kurz auch Polymer (B) genannt,

(C) mindestens einem Kondensationsprodukt von mindestens einer Aminogruppenhaltigen Verbindung und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol, kurz auch als Kondensationsprodukt (C) bezeichnet,

(D) gegebenenfalls mindestens eine oberflächenaktive Verbindung, kurz auch oberflächenaktive Verbindung (D) genannt,

(E) gegebenenfalls einen oder mehrere Zusätze.

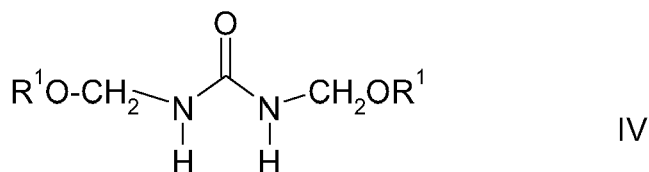
[0076] Feststoff (A), Polymer (B), Kondensationsprodukt (C), oberflächenaktive Verbindung (D) und Zusätze (E) sind

vorstehend definiert.

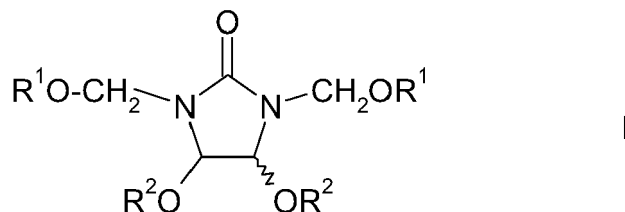
[0077] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei Kondensationsprodukt (C) um ein Kondensationsprodukt von Harnstoff und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol.

[0078] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei hydrophobem Polymer (B) um ein fluoriertes (Co)polymer.

[0079] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei Kondensationsprodukt (C) um eine Verbindung der allgemeinen Formel IV.



[0080] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es bei Kondensationsprodukt (C) um eine Verbindung der allgemeinen Formel I



wobei in Formel I und IV die Variablen wie folgt definiert sind:

R^1 jeweils verschieden oder gleich und gewählt aus Wasserstoff, C_1 - C_6 -Alkyl, $(\text{CHCH}_3-\text{CH}_2-\text{O})_m-\text{R}^3$, $(\text{CH}_2-\text{CHCH}_3-\text{O})_m-\text{R}^3$, $(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_m-\text{R}^3$, $(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_m-\text{R}^3$ und vorzugsweise $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m-\text{R}^3$, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist,

R^2 jeweils verschieden oder gleich und gewählt aus Wasserstoff, C_1 - C_6 -Alkyl, $(\text{CHCH}_3-\text{CH}_2-\text{O})_m-\text{R}^3$, $(\text{CH}_2-\text{CHCH}_3-\text{O})_m-\text{R}^3$, $(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_m-\text{R}^3$, $(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_m-\text{R}^3$ und vorzugsweise $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m-\text{R}^3$, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist,

R^3 gewählt wird aus Wasserstoff und C_1 - C_{20} -Alkyl.

[0081] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung enthält erfindungsgemäße wässrige Flotte:

Im Bereich von 5,5 bis 150 g/l, bevorzugt 6 bis 25 g/l an Feststoff (A),

im Bereich von 10 bis 60 g/l, bevorzugt 15 bis 40 g/l an hydrophobem Polymer (B),

im Bereich von 50 bis 150 g/l, bevorzugt 60 bis 120 g/l an Kondensationsprodukt (C), null bis 20 g/l, bevorzugt 3 bis 10 g/l an oberflächenaktiver Verbindung (D),

insgesamt null bis insgesamt 150 g/l, bevorzugt 25 bis 100 g/l an Zusätzen (E).

[0082] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weisen erfindungsgemäße Flotten einen pH-Wert im Bereich von 2 bis 9, bevorzugt 3,5 bis 7,5 auf.

[0083] Die erfindungsgemäße Flotte lässt sich besonders vorteilhaft im erfindungsgemäßen Verfahren einsetzen.

[0084] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von erfindungsgemäßen wässrigen Flotten, im Rahmen der vorliegenden Erfindung auch erfindungsgemäßes Herstellverfahren genannt. Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Herstellverfahrens kann man so vorgehen, dass man die Komponenten Feststoff (A), hydrophobes Polymer (B), Kondensationsprodukt (C) und gegebenenfalls oberflächenaktive Verbindung (D) und gegebenenfalls einen oder mehrere Zusätze (E) miteinander und mit Wasser vermischt, beispielsweise durch Verrühren. Dabei ist die Reihenfolge der Komponenten Feststoff (A), hydrophobes Polymer (B), Kondensationsprodukt (C) und

gegebenenfalls oberflächenaktive Verbindung (D) und gegebenenfalls ein oder mehrere Zusätze (E) beliebig. Bevorzugt ist jedoch, dass man eine oder mehrere der Komponenten, insbesondere hydrophobes Polymer (B) und Kondensationsprodukt (C), in mit Wasser oder einem Lösemittel vorvermischter Form einsetzt.

[0085] Das erfindungsgemäße Herstellverfahren kann man bei beliebigen Temperaturen, insbesondere bei Temperaturen im Bereich von 5 bis 95°C durchführen. Bevorzugt ist Zimmertemperatur.

[0086] Die Erfindung wird durch Arbeitsbeispiele erläutert.

[0087] Mengenangaben von wässrigen Mischungen beziehen sich stets auf den Feststoffgehalt, wenn nicht ausdrücklich anders angegeben

I. Herstellung von erfindungsgemäßen wässrigen Formulierungen

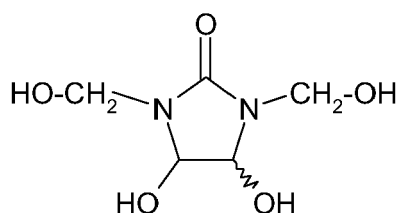
[0088] Es wurden die folgenden Substanzen eingesetzt:

Feststoff (A.1): mit Dimethylsiloxangruppen modifizierte pyrogene Kieselsäure mit einer BET-Oberfläche von 225 m²/g, bestimmt nach DIN 66131, Primärpartikeldurchmesser: 10 nm (Medianwert, Zahlenmittel)

Hydrophobes Polymer (B.1): wässrige Dispersion (30 Gew.-% Feststoffgehalt) eines statistischen Copolymeren aus 10 Gew.-% Methacrylsäure und 90 Gew.-% CH₂=C(CH₃)COO-CH₂-CH₂-n-C₈F₁₇ mit M_n 2900 g/mol (Gelpermationschromatographie)

Kondensationsprodukt (C.1): Verbindung I.1 (DMDHEU)

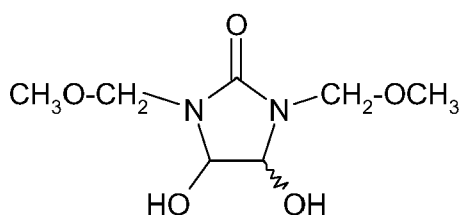
[0089]



I.1

Kondensationsprodukt (C.2): Verbindung I.2

[0090]



I.2

(D.1): n-C₁₂H₂₅-N(CH₂CH₂-O-CH₂CH₂-OH)₂

(D.2): iso-C₁₀H₂₁(OCH₂CH₂)₅OH

(E.1): 45 Gew.-% wässrige Dispersion von teilverseiftem Polyvinylacetat, Tg: 33°C,

(E.2) 60 Gew.-% Lösung von trimerem Hexamethylen-diisocyanat in Propylenglykol (30 Gew.-%) und n-C₁₈H₃₇(OCH₂CH₂)₁₅OH (10 Gew.-%)

(E.3): Polyacrylamid

HOAc: 60 Gew.-% wässrige Essigsäure

Butylglyk.: Ethylenglykol-n-butylether (Butylglykol)

Allgemeine Vorgehensweise:

[0091] Man vermischt die Komponenten gemäß Tabelle 1, füllte mit Wasser auf einen Liter auf und erhielt die erfindungsgemäßen wässrigen Flotten WF.1 bis WF.8, die zur Behandlung von textilen Substraten eingesetzt wurden.

Tabelle 1: Zusammensetzung von erfindungsgemäßen wässrigen Flotten

Komponente	WF.1	WF.2	WF.3	WF.4	WF.5	WF.6	WF.7	WF.8
(A.1) [g]	18,2	9,3	18,2	9,3	18,2	9,3	18,2	9,3
(B.1) [g]	40	25	40	25	35	25	35	25
(C.1)[g]	75	75	75	75	75	75	75	75
(C.2)[g]	20,6	10,5	20,6	10,5	20,6	10,5	20,6	10,5
(D.1) [g]	6,1	3,1	6,1	3,1	6,1	3,1	6,1	3,1
(D.2)[g]	2	1	2	1	2	1	2	1
(E.1) [g]	31,5	31,5	31,5	31,5	31,5	30,5	31,5	31,5
(E.2) [g]	-	-	6	6	-	-	6	6
(E.3) [g]	9,8	5	9,8	5	9,8	5	9,8	5
NH ₄ Cl [g]	6	6	6	6	6	6	6	6
HOAc [g]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Butylglyk. [g]	48,6	24,3	48,6	24,3	48,6	24,3	48,6	24,3

[0092] Allgemeine Vorgehensweise für die erfindungsgemäße Behandlung von Textil am Beispiel von Polyestergerewe:

Ein Polyestergerewe mit einem Flächengewicht von 220 g/m² wurde mit einer erfindungsgemäßen wässrigen Flotte gemäß Tabellen 1 und 2 auf einem Foulard (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) behandelt. Der Anpressdruck der Walzen betrug 2,1 bar. Es resultierte eine Flottenaufnahme von 40%. Die Auftraggeschwindigkeit betrug 2 m/min. Anschließend wurde das behandelte Polyestergerewe eine Minute lang bei 120°C auf einem Spannrahmen getrocknet. Die abschließende thermische Behandlung erfolgte über einen Zeitraum von einer Minute bei 185°C unter Umluft. Man erhielt erfindungsgemäße behandelte Polyestergerewe PES.1 bis PES.8.

[0093] Die anwendungstechnischen Eigenschaften gehen aus Tabelle 2 hervor.

Tabelle 2: Anwendungstechnische Eigenschaften von erfindungsgemäß behandeltem Textil

Eingesetzte Flotte	WF.1	WF.2	WF.3	WF.4	WF.5	WF.6	WF.7	WF.8
Erhaltenes Textil	PES.1	PES.2	PES.3	PES.4	PES.5	PES.6	PES.7	PES.8
Dyn. Abrollwinkel [°]	14	16	14	18	14	16	17	20
Abperleffekt	4	4	4	4	4	4	4	4
Aufnahme [%]	5,6	3,3	4,5	3,1	5,9	3,3	5,1	2,6
Durchlass [ml]	0	0	0	0	0	0	0	0
Wassersäule [mm]	450	450	460	460	450	330	320	340
Honigtest	++	++	++	++	++	++	++	++

Bestimmung des dynamischen Abrollwinkels:

[0094] Die zu untersuchende erfindungsgemäß behandelte Textilprobe wurde manuell gespannt und mit Nadeln auf einem ebenen Holzbrett fixiert, dessen Neigung stufenlos von 1° bis 90° eingestellt werden konnte. Dann ließ man mit Hilfe einer Kanüle aus einer Höhe von 10 mm einzelne Wassertropfen auf die Textilprobe fallen. Die Tropfen hatten

eine Masse von 4,7 mg. Durch schrittweises Senken des Neigungswinkels wurde der Neigungswinkel bestimmt, bei dem die Tropfen gerade noch abperlten und keine Adhäsion zu beobachten war. Die Ergebnisse finden sich in Tabelle 2.

[0095] Abperleffekt, Aufnahme (Wasseraufnahme) und Durchlass (Wasserdurchlässigkeit) beziehen sich jeweils auf Wasser. Die Wasseraufnahme wurde nach Bundesmann, DIN 53888, geprüft.

[0096] Die Wassersäule wurde nach DIN EN 20811 bestimmt.

[0097] Zur Durchführung des Honigtests wurde jeweils ein frischer Waldblütenhonig aus einer Höhe von 5 cm mit einer Pipette auf erfindungsgemäßes Textil getropft, das in einem Winkel von 20° eingespannt war. Der Honig verhielt sich, wie aus der Tabelle ersichtlich. Dabei bedeuten:

- ++ läuft in runden Tropfen ab ohne Rückstand,
- + läuft ab, bildet kleine Nase beim Laufen
- 0 läuft ab, bildet sichtbare Nase beim Laufen
- benetzt

Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung eines beschichteten Textils, **dadurch gekennzeichnet, dass** man ein textiles Substrat behandelt mit einer wässrigen Flotte, enthaltend

(A) mindestens einem Feststoff in partikulärer Form mit einem mittleren Partikeldurchmesser im Bereich von 1 bis 500 nm,

(B) mindestens einem hydrophoben Polymer,

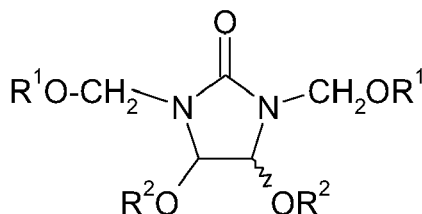
(C) mindestens einem Kondensationsprodukt von mindestens einer Aminogruppenhaltigen Verbindung und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol.

- Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei Kondensationsprodukt (C) um ein Kondensationsprodukt von Harnstoff und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol handelt.

- Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei hydrophoben Polymer (B) um ein fluoriertes (Co)polymer handelt.

- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** man nach der Behandlung mit wässriger Flotte thermisch behandelt.

- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei Kondensationsprodukt (C) um eine Verbindung der allgemeinen Formel I



handelt, wobei die Variablen wie folgt definiert sind:

R¹ jeweils verschieden oder gleich und gewählt aus Wasserstoff, C₁-C₆-Alkyl, (CHCH₃-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CHCH₃-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³ und (CH₂CH₂O)_m-R³, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist,

R² jeweils verschieden oder gleich und gewählt aus Wasserstoff, C₁-C₆-Alkyl, (CHCH₃-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CHCH₃-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³ und (CH₂CH₂O)_m-R³, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist,

R³ gewählt wird aus Wasserstoff und C₁-C₂₀-Alkyl.

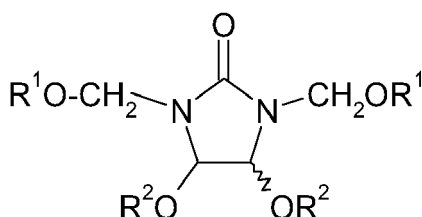
6. Textil, behandelt nach einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5.
7. Verwendung von Textil nach Anspruch 6 als oder zur Herstellung von Markisenstoffen, Verdecken oder Planen.
8. Markisenstoffe, Verdecke oder Planen, hergestellt unter Verwendung von Textil nach Anspruch 6.
9. Wässrige Flotte, enthaltend

(A) mindestens einen Feststoff in partikulärer Form mit einem mittleren Partikeldurchmesser im Bereich von 1 bis 500 nm,
 (B) mindestens ein hydrophobes Polymer,
 (C) mindestens einem Kondensationsprodukt von mindestens einer Aminogruppenhaltigen Verbindung und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol.

10. Wässrige Flotte nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei Kondensationsprodukt (C) um ein Kondensationsprodukt von Harnstoff und mindestens einem Aldehyd oder Dialdehyd und gegebenenfalls mindestens einem Alkohol handelt.

11. Wässrige Flotte nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei hydrophobem Polymer (B) um ein fluoriertes (Co)polymer handelt.

12. Wässrige Flotte nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei Kondensationsprodukt (C) um einer Verbindung der allgemeinen Formel I



handelt, wobei die Variablen wie folgt definiert sind:

R¹ jeweils verschieden oder gleich und gewählt aus Wasserstoff, C₁-C₆-Alkyl, (CHCH₃-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CHCH₃-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³ und (CH₂CH₂O)_mR³, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist,

R² jeweils verschieden oder gleich und gewählt aus Wasserstoff, C₁-C₆-Alkyl, (CHCH₃-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CHCH₃-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, (CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-O)_m-R³, und (CH₂CH₂O)_mR³, wobei m eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 50 ist,

R³ gewählt wird aus Wasserstoff und C₁-C₂₀-Alkyl.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 07 10 0838

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	WO 2006/015744 A (BASF AG [DE]; HAINDL CORINNA [DE]; DIELEMAN CEDRIC [FR]; EBENAU AXEL []) 16. Februar 2006 (2006-02-16) * Seite 2, Zeile 36 - Seite 3, Zeile 10 * * Seite 11, Zeile 34 - Seite 19, Zeile 22 * * Seite 21, Zeile 31 - Seite 22, Zeile 3 * * Seite 25, Zeile 5 - Zeile 11; Ansprüche 1,7-12; Beispiele 2,3 * -----	1-12	INV. D06M11/79 D06M13/432 D06M15/21 D06M15/233 D06M15/256 D06M15/263 D06M15/277 D06M15/333 D06M15/423 D06M15/643 D06M23/08
X	WO 2005/113885 A (BASF AG [DE]; DIELEMAN CEDRIC [FR]; KELLER HARALD [DE]; SCHREPP WOLFGA) 1. Dezember 2005 (2005-12-01) * Seite 2, Zeile 34 - Seite 5, Zeile 34; Ansprüche 1-6,8-11 * * Seite 7, Zeile 30 - Zeile 34 * * Seite 8, Zeile 30 - Zeile 33 * * Seite 9, Zeile 25 - Seite 10, Zeile 17; Ansprüche 1-6,8-11; Beispiele * -----	1,2,4-6, 9,10,12	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
			D06M
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 20. Juni 2007	Prüfer KOEGLER-HOFFMANN, S
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, 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	

1
EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

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

EP 07 10 0838

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.

20-06-2007

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2006015744 A	16-02-2006	DE 102004038218 A1	16-03-2006
		EP 1776501 A1	25-04-2007
WO 2005113885 A	01-12-2005	CN 1957135 A	02-05-2007
		DE 102004025368 A1	08-12-2005
		EP 1751346 A1	14-02-2007

EPO FORM P0461

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

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 1296283 A [0002]
- WO 0284013 A [0003]
- WO 0284016 A [0004]
- WO 2004074568 A [0006] [0008] [0008]
- WO 2005113883 A [0006] [0008] [0008]
- EP 0761696 A [0018]
- US 2592069 A [0032]
- US 2732370 A [0032]
- US 2642416 A [0032]
- US 3239557 A [0032]
- BR 1118007 [0032]
- US 3462296 A [0032]
- DE 199120810 [0036]
- EP 0486881 A [0058]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **M. LEWIN et al.** Chemical Processing of Fibers and Fabrics. Marcel Dekker, 1984, vol. 2, 172, 178-182 [0035]
- **H. STACHE.** Tensid-Taschenbuch. Carl-Hanser-Verlag, 1981 [0050]
- **MCCUTCHEON'S.** Emulsifiers & Detergents. MC Publishing Company, 1989 [0050]