

(19)



(11)

EP 2 302 130 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
30.03.2011 Patentblatt 2011/13

(21) Anmeldenummer: **09012250.8**

(22) Anmeldetag: **26.09.2009**

(51) Int Cl.:
D06M 13/02 (2006.01) **D06M 13/17** (2006.01)
D06M 13/358 (2006.01) **D06M 15/227** (2006.01)
D06M 15/277 (2006.01) **D06M 15/423** (2006.01)
D06M 15/564 (2006.01) **C08F 220/24** (2006.01)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL
PT RO SE SI SK SM TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL BA RS

(71) Anmelder: **Huntsman Textile Effects (Germany)
GmbH
86462 Langweid (DE)**

(72) Erfinder:
• **Fuchs, Andreas, Dr.
81245 München (DE)**
• **Rettenbacher, Isabella
86368 Gersthofen (DE)**
• **Moors, Rolf, Dr.
86486 Bonstetten (DE)**
• **Nassl, Walter
86444 Affing (DE)**
• **Arnold, Jürgen
86453 Dasing-Wessiszell (DE)**

(54) **Zusammensetzung für die Öl- und/oder Wasserabweisende Ausrüstung von Fasermaterialien**

(57) Es werden wässrige Zusammensetzungen beschrieben, welche sich für die Behandlung von textilen Flächengebilden eignen, denen hierdurch öl- und/oder wasserabweisende Eigenschaften verliehen werden. Die Zusammensetzungen enthalten unter anderem Po-

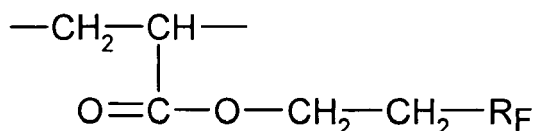
lymere, welche Perfluoralkylgruppen (R_F -Gruppen) aufweisen, wobei 55 bis 100 % der R_F -Gruppen 6 Kohlenstoffatome enthalten.

EP 2 302 130 A1

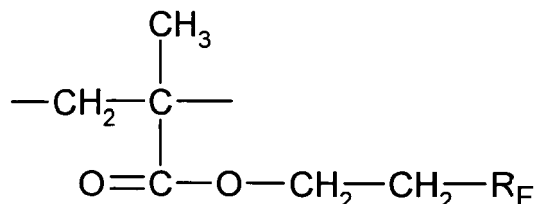
Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine wässrige Zusammensetzung, welche sich auszeichnet für die Behandlung von textilen Flächengebilden aus Fasermaterialien wie z.B. Geweben, Strickware oder Nonwovens (Vliesen) eignet. Sie betrifft ferner ein Verfahren zur Behandlung der Flächengebilde.

[0002] Es ist bekannt, Fasermaterialien aus textilen Flächengebilden mit Polymeren zu behandeln, welche Perfluoralkylgruppen (R_F -Gruppen) der Struktur $CF_3-(CF_2)_x-CF_2-$ enthalten. Ein allgemein üblicher Wert für die Kettenlänge dieser R_F -Gruppen liegt vor, wenn der Wert von x in der genannten Formel 6 oder mehr beträgt, wenn also die R_F -Gruppe 8 oder mehr Kohlenstoffatome enthält. Durch solche Polymere können den Fasermaterialien öl- und/oder wasserabweisende Eigenschaften vermittelt werden. In aus dem Stand der Technik bekannten Zusammensetzungen wurden vielfach als Polymere, die R_F -Gruppen enthalten, Poly-(meth-)acrylate eingesetzt, welche folgende Struktureinheit enthalten:



bzw.



[0003] Solche Polymere sind besonders geeignet als Inhaltsstoffe von Formulierungen für die öl-/wasserabweisende Ausrüstung von Textilmaterialien.

[0004] Die Verwendung von R_F -Gruppen enthaltenden Polyacrylaten für die Behandlung von Textilien geht aus der EP 314 944 A2 hervor. Auch die WO 03/14180 A1 beschreibt die Behandlung von Fasermaterialien mit R_F -Gruppen enthaltenden Polymeren.

[0005] Die Behandlung textiler Materialien mit R_F -Gruppen enthaltenden Polymeren ist auch aus der EP 1 632 542 A1 bekannt.

[0006] Aus ökologischen Gründen wäre es wünschenswert, kürzere Kettenlängen für die R_F -Gruppen zu verwenden, also weniger als 8 Kohlenstoffatome in der R_F -Kette. Bei entsprechenden Versuchen wurde hierbei jedoch gefunden, dass eine kürzere Kettenlänge zu schlechteren Werten für die Öl-/Wasserabweisung führt (siehe „Macromolecules 2005, 38, S.5699 - 5705" Takahara et al.).

[0007] Die EP 1493 761 A1 beschreibt Zusammensetzungen, in denen die Kettenlänge der Polymeren der R_F -Gruppe bei 3 bis 4 Kohlenstoffatomen liegt. Nach den Angaben dieser Schrift können dabei im Rahmen der Textilausrüstung Werte für die öl- und wasserabweisende Wirkung erhalten werden, welche etwa auf dem Niveau liegen, das erhalten wird, wenn man Fluorpolymere mit einer Kettenlänge der R_F -Gruppe von 8 Kohlenstoffatomen verwendet. Trotz eines ökologischen Vorteils ist der öl- und wasserabweisende Effekt, der mit den Zusammensetzungen dieser EP erzielt wird, noch nicht voll zufrieden stellend.

[0008] Die Zusammensetzungen der WO 2008/022985 A1 beschreiben ebenfalls Perfluoralkylgruppen aufweisende Polymere, in denen die R_F -Gruppen weniger als 8 Kohlenstoffatome enthalten. Es handelt sich hier um spezielle Polymere, bei deren Herstellung als Monomerbaustein ein thermisch vernetzbares oder reaktives Isocyanat verwendet wird. Auch mit den Zusammensetzungen dieser Schrift werden noch keine optimalen öl-und/oder wasserabweisenden Eigenschaften von ausgerüsteten Textilien erhalten.

[0009] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand darin, eine Zusammensetzung zu Verfügung zu stellen, die ökologische und Kostenvorteile mit sich bringt gegenüber bekannten Zusammensetzungen, in welchen die R_F -Gruppen der Perfluoralkylgruppen enthaltenden Polymeren 8 oder mehr Kohlenstoffatome enthalten und mit welchen mindestens das Effektniveau dieser bekannten Zusammensetzungen erreicht werden kann, was öl- und wasserabweisende Eigenschaften ausgerüsteter textiler Fasermaterialien betrifft.

[0010] Die Aufgabe wurde gelöst durch eine wässrige Zusammensetzung, welche mindestens die Komponenten A, B und C enthält, wobei

[0011] Komponente A entweder ein Gemisch ist, welches mindestens die Komponenten A1 bis A3 enthält, wobei Komponente A1 ein Paraffinwachs ist,

Komponente A2 ein Kondensationsprodukt aus einem Alkohol mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, einem veretherten, vorzugsweise quaternisierten Polymethylol-Melamin und gegebenenfalls zusätzlich einem mehrwertigen Ethanolamin ist, welches 0,05 bis 1,5 Gew.% einer Säure, vorzugsweise Essigsäure, enthalten kann,

Komponente A3 Wasser ist, oder wobei

Komponente A ein Gemisch ist, das mindestens die Komponenten A4 bis A6 enthält, wobei Komponente A4 ein Polysiloxan ist, das neben an Si-Atome gebundenen Alkylgruppen noch an Si-Atome gebundene Wasserstoffatome enthält, also ein Alkyl-Wasserstoff-Polysiloxan,

Komponente A5 Wasser ist und

Komponente A6 ein Dispergator ist, vorzugsweise ein ethoxlierter Alkohol oder ein Gemisch ethoxlierter Alkohole ist, wobei vorzugsweise ethoxilierte lineare oder verzweigte Alkohole mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen verwendet werden, wobei

Komponente B ein Gemisch ist, welches mindestens die Komponenten B1 bis B3 enthält, wobei Komponente B1 ein Isocyanatgruppen enthaltendes Polyurethan ist, dessen Isocyanatgruppen blockiert, vorzugsweise mit einem aliphatischen Ketonoxim blockiert, sind, wobei das Polyurethan vorzugsweise aus einem aromatischen oder aliphatischen, vorzugsweise einem aromatischen Diisocyanat aufgebaut ist, wobei das Diisocyanat vorzugsweise mit einem Diol mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, einem dreiwertigen aliphatischen Alkohol und einem N-alkylierten Diethanolamin oder Triethanolamin umgesetzt wurde,

wobei

Komponente B2 ein Dispergator oder ein Dispergatorenngemisch ist und ethoxilierte Alkohole und gegebenenfalls einen zweiwertigen aliphatischen Alkohol und gegebenenfalls eine anorganische Säure enthält,

wobei

Komponente B3 Wasser ist,

wobei

Komponente C ein Polymer ist, das Perfluoralkylgruppen (R_F -Gruppen) enthält, wobei 55 bis 100 % aller anwesenden R_F -Gruppen 6 Kohlenstoffatome enthalten,

wobei

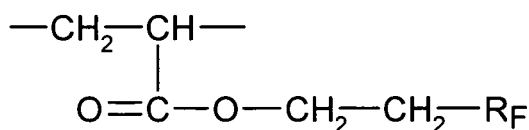
die Zusammensetzung gegebenenfalls noch als Komponente D ein Zirkoniumsalz, vorzugsweise Zirkoniumacetat, enthält.

[0012] Normalerweise beobachtet man eine Verschlechterung der öl- und wasserabweisenden Effekte bei Faserbehandlungsformulierungen, wenn man die Kettenlänge der R_F -Gruppen verkürzt. Diese unerwünschte Verschlechterung kann bis zu einem gewissen Grad dadurch ausgeglichen werden, dass man den Zusammensetzungen mit R_F -Gruppen enthaltenden Polymeren weitere Produkte, sog. Extender, hinzufügt. So lässt sich mit den Zusammensetzungen der EP 1 493 761 A1 in etwa das Effektniveau erreichen, das bei Kettenlängen von 8 Kohlenstoffatomen in der R_F -Gruppe resultiert, obwohl die Kettenlänge in den Zusammensetzungen dieser EP nur bei 3 bis 4 Kohlenstoffatomen liegt. Andererseits bietet eine kürzere Kettenlänge gegenüber C_8 ökologische Vorteile.

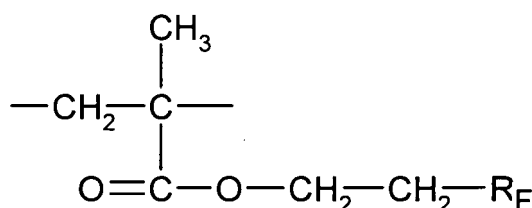
[0013] Aufgrund der genannten Befunde war eigentlich zu erwarten, dass mit der erfindungsgemäßen Zusammensetzung öl- und wasserabweisende Effekte bei ausgerüsteten Textilien resultieren würden, welche etwa auf dem gleichen Niveau liegen, wie es bei Verwendung von Kettenlängen von 3 bis 4 Kohlenstoffatomen einerseits und 8 Kohlenstoffatomen andererseits zu erzielen ist. Erstaunlicherweise ist dies jedoch nicht der Fall. Es wurde nämlich, für den Fachmann sehr überraschend, gefunden, dass mit erfindungsgemäßen Zusammensetzungen erheblich verbesserte öl- bzw. wasserabweisende Eigenschaften ausgerüsteter textiler Fasermaterialien erreicht werden können als im Fall der Verwendung von R_F -Gruppen enthaltenden Polymeren, bei denen die durchschnittliche Anzahl der Kohlenstoffatome der R_F -Gruppen bei 3 bis 4 bzw. 8 beträgt. Diese Aussage gilt für gleiche Faserauflage, so dass mit erfindungsgemäßen Zusammensetzungen niedrigere Produktauflagen auf dem Textil eingesetzt werden als bei bekannten Formulierungen, um das gleiche Effektniveau zu erreichen. Daraus resultiert natürlich ein Kostenvorteil.

[0014] Ein entscheidender Punkt bei den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen ist die Länge der Kette der R_F -Gruppen. Das Maximum der Kettenlängenverteilung muss bei 6 Kohlenstoffatomen liegen, d.h. 55 bis 100 %, vorzugsweise 70 bis 100 %, der Anzahl aller anwesenden R_F -Gruppen müssen 6 Kohlenstoffatome aufweisen. Besonders gute Ergebnisse werden erhalten, wenn 100 % aller anwesenden R_F -Gruppen 6 Kohlenstoffatome enthalten. Jedoch ist es möglich, dass ein Teil der R_F -Gruppen, nämlich 0 bis 45 % eine von 6 abweichende Kettenlänge aufweist. Allerdings werden die optimalen Ergebnisse dann erhalten, wenn etwa 100 % der R_F -Gruppen 6 Kohlenstoffatome enthalten. Bevorzugt ist es daher, wenn 70 bis 100 % der R_F -Ketten 6 Kohlenstoffatome enthalten. Diejenigen R_F -Gruppen, welche nicht 6 Kohlenstoffatome enthalten, besitzen zum überwiegenden Teil eine Kettenlänge von 4 oder 8 Kohlenstoffatomen.

[0015] Die Polymeren mit Perfluoralkylgruppen (R_F -Gruppen), = Komponente C erfindungsgemäßer Zusammensetzungen, sind vorzugsweise Polyacrylsäureester oder Polymethacrylsäureester, bei denen die alkoholische Komponente die R_F -Gruppe enthält. Vorzugsweise handelt es sich um Polymere, welche Einheiten der Formel



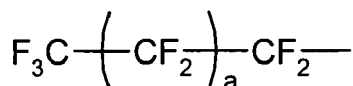
bzw.



enthalten. Daneben können die Polymeren noch weitere Einheiten enthalten, die aus copolymerisierbaren Monomeren stammen. Beispiele hierfür sind: Vinylchlorid, Vinylidenchlorid, Styrol, N-Methylolacrylamid und fluorfreie längerkettige (Meth-)Acrylate wie Stearylacrylat bzw. Hydroxyderivate davon.

[0016] Als Komponente C geeignete Polymere lassen sich in bekannter Weise herstellen, indem man (Meth-)Acrylsäure oder ihre Ester mit R_F -Gruppen aufweisenden Alkoholen umsetzt, und dann radikalisch polymerisiert, gegebenenfalls unter Mitverwendung weiterer polymerisierbarer Monomere. Die R_F -Gruppen enthaltenden Alkohole weisen überwiegend 6 Kohlenstoffatome in der R_F -Gruppe auf, d.h. 55 bis 100 % aller R_F -Gruppen enthalten 6 Kohlenstoffatome.

[0017] Die R_F -Gruppen fallen vorzugsweise unter die Formel



wobei a in der Mehrzahl der R_F -Reste den Wert 4 besitzt.

Strukturen geeigneter (Meth-)Acrylate und deren Herstellung sind in der WO 2009/000370 A1, der EP 234 724 A1 sowie der FR 2 213 333 A beschrieben. Als Komponente C für erfindungsgemäße Zusammensetzungen geeignete Polymere können analog zu den Angaben dieser Schriften hergestellt werden, wobei jedoch auf die Kettenlänge der R_F -Gruppen geachtet werden muss.

[0018] Außer den bevorzugten (Meth-)Acrylaten können als Komponente C auch andere R_F -Gruppen enthaltende Polymere verwendet werden, z.B. Polyurethane mit R_F -Gruppen.

[0019] Komponente A erfindungsgemäßer Zusammensetzungen ist ein Gemisch, entweder ein Gemisch, das mindestens die Komponenten A1 bis A3 enthält, oder ein Gemisch, das mindestens die Komponenten A4 bis A6 enthält.

[0020] Gut geeignet für erfindungsgemäße Zusammensetzungen sind auch Gemische, welche beide genannten Alternativen für Komponente A enthalten, also Gemische, welche sowohl die Komponenten A1 bis A3 als auch die Komponenten A4 bis A6 enthalten bzw. die Komponenten A1 bis A3, A4 und A6 enthalten (Komponente A5 kann entfallen, weil sie der Komponente A3 entspricht).

[0021] Komponente A1 ist ein Paraffinwachs. Solche Wachse sind auf dem Markt erhältlich und durch die CAS-Nummern 8002-74-2 bzw. 64742-43-4 beschrieben. Vorzugsweise werden Wachse mit einem Schmelzbereich von 50°C bis 80°C eingesetzt. Komponente A2 ist ein Kondensationsprodukt, das sich erhalten lässt durch Umsetzung eines Alkohols mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise eines linearen einwertigen Alkohols, mit einem Polymethylol-Melamin, das verethert und vorzugsweise quaternisiert ist, einerseits, und gegebenenfalls zusätzlich einem mehrwertigen Ethanolamin andererseits. Besonders gut geeignet ist ein Hexamethylolmelamin, das mit Methanol verethert und mit

einem Alkylsulfat quaternisiert ist. Dieses Kondensationsprodukt entsteht, wenn der längerkettige Alkohol gleichzeitig mit dem Melamin und dem mehrwertigen Ethanolamin umgesetzt wird. Als Ethanolamin sind Diethanolamin und Triethanolamin gut geeignet. Gegebenenfalls enthält Komponente A2 noch kleinere

[0022] Mengen einer Säure, z.B. Essigsäure, z.B. 0,05 bis 1,5 Gew. %.

Komponente A3 ist Wasser.

[0023] Komponente B erfindungsgemäßer Zusammensetzungen ist ein Gemisch, welches mindestens die Komponenten B1 bis B3 enthält.

[0024] Komponente B1 ist ein Polyurethan, das blockierte Isocyanatgruppen enthält, wobei mindestens 90 % aller Isocyanatgruppen blockiert sind. Als Blockierungsmittel geeignet sind aus der Literatur bekannte Produkte. Besonders vorteilhaft als Blockierungsmittel sind aliphatische Ketonoxime, z.B. Butanonoxim. Die bevorzugten Polyurethane sind vorzugsweise aus einem aliphatischen oder, vorzugsweise, einem aromatischen Diisocyanat, das vorzugsweise mit einem dreiwertigen aliphatischen Alkol, z.B. 1,1,1-Trimethylolpropan und einem N-alkylierten Diethanolamin oder Triethanolamin umgesetzt wurde, aufgebaut. Als Komponente B1 geeignete Polyurethane sind auf dem Markt erhältlich, z.B. von der Firma Huntsman Textile Effects (Germany) GmbH..

[0025] Als Komponente B1 geeignete Polyurethane und ihre Herstellung sind in der EP 872 503 A1 beschrieben.

[0026] Komponente B2 ist ein Dispergator oder ein Gemisch von Dispergatoren. Komponente B2 enthält einen oder mehrere ethoxilierte Alkohole auf Basis von längerkettigen, vorzugsweise linearen, einwertigen Alkoholen, und gegebenenfalls zusätzlich einen zweiwertigen aliphatischen Alkohol und gegebenenfalls kleine Mengen einer anorganischen Säure, z.B. Salzsäure. Die Kettenlänge des einwertigen Alkohols, der dem ethoxilierten Alkohol zugrunde liegt, beträgt vorzugsweise 8 bis 22 Kohlenstoffatome. Der gegebenenfalls anwesende zweiwertige Alkohol weist vorzugsweise 2 bis 6 Kohlenstoffatome auf. Gut geeignet sind Ethylenglykol und 1,2-Propandiol.

Komponente B3 ist Wasser.

[0027] In einer vorteilhaften Ausführungsform enthalten erfindungsgemäße Zusammensetzungen zusätzlich als Komponente D ein Zirkoniumsalz, wofür Zirkoniumacetat besonders gut geeignet ist.

Ferner können erfindungsgemäße Zusammensetzungen noch weitere Produkte enthalten wie z.B. Montanwachssäuren (CAS-Nr. 68476-03-9), was besonders dann in Frage kommt, wenn Zirkoniumacetat anwesend ist oder zusätzlich zu dem bereits in Komponente A enthaltenen Paraffin noch weiteres Paraffin. Ein anderes Produkt, das gegebenenfalls enthalten sein kann, ist ein ethoxiliertes Fettsäurederivat (CAS-Nr. 61791-12-6). Daneben können weitere Dispergatoren enthalten sein, insbesondere kationische Tenside.

[0028] Auf Grund der Anwesenheit von Dispergatoren sind erfindungsgemäße Zusammensetzungen normalerweise wässrige Dispersionen. Sie können nach bekannten Verfahren hergestellt werden, z.B. durch Mischen der einzelnen Komponenten bei Raumtemperatur oder gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur und anschließende mechanische Homogenisierung.

[0029] Bevorzugt ist es jedoch, zuerst ein Gemisch herzustellen, das die Komponenten A und B enthält, nicht aber Komponente C. Dieses Gemisch besitzt eine gute Lagerstabilität. Die Komponente C wird bei dieser Vorgehensweise erst kurz vor Verwendung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung hinzugefügt.

[0030] Vorzugsweise enthalten erfindungsgemäße Zusammensetzungen die Komponenten A bis D in folgenden Mengen relativ zueinander:

35 bis 120 Gewichtsteile, vorzugsweise 45 bis 90 Gewichtsteile, besonders bevorzugt 50 bis 75 Gewichtsteile, Komponente A

1 bis 60 Gewichtsteile, vorzugsweise 5 bis 50 Gewichtsteile, besonders bevorzugt 8 bis 20 Gewichtsteile, Komponente B

1 bis 60 Gewichtsteile, vorzugsweise 1 bis 45 Gewichtsteile, besonders bevorzugt 2 bis 20 Gewichtsteile, Komponente C

0 bis 30 Gewichtsteile, vorzugsweise 0 bis 15 Gewichtsteile, besonders bevorzugt 1,5 bis 8 Gewichtsteile, Komponente D

[0031] Weiterhin sind bevorzugte Ausführungsformen **dadurch gekennzeichnet, dass** Komponente A die Komponenten A4 bis A6 nicht enthält und die Komponenten A1 und A2 in folgenden Mengen enthält:

A1: 10 bis 30 Gew. %, vorzugsweise 12 bis 25 Gew. %

A2: 5 bis 15 Gew. %, vorzugsweise 6 bis 12 Gew. %

wobei der Rest der Komponente A durch Wasser (Komponente A3) und gegebenenfalls durch geringe Mengen Essigsäure gebildet wird, oder dass Komponente A die Komponenten A1 bis A3 nicht enthält und dass sie die Komponenten A4 bis A6 in folgenden Mengen enthält:

A4: 25 bis 45 Gew. %, vorzugsweise 30 bis 40 Gew. %

EP 2 302 130 A1

A5: 50 bis 70 Gew.%, vorzugsweise 55 bis 65 Gew.%

A6: 1 bis 5 Gew.%, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.%

[0032] Falls erfindungsgemäße Zusammensetzungen alle Komponenten A1 bis A6 enthalten, sind folgende Mengen relativ zueinander bevorzugt:

A1: 8 bis 30 Gewichtsteile, vorzugsweise 10 bis 20 Gewichtsteile

A2: 3 bis 20 Gewichtsteile, vorzugsweise 4 bis 12 Gewichtsteile

A4: 1 bis 15 Gewichtsteile, vorzugsweise 2 bis 10 Gewichtsteile

A6: 0,05 bis 3 Gewichtsteile, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gewichtsteile

wobei der Rest der Komponente A durch Wasser (Komponenten A3 und A5) gebildet wird.

[0033] Die Komponente B enthält die Komponenten B1 und B2 vorzugsweise in folgenden Mengen:

B1: 8 bis 40 Gew%, vorzugsweise 12 bis 30 Gew%

B2: 2 bis 20 Gew%, vorzugsweise 3 bis 15 Gew%

wobei der Rest der Komponente B durch Wasser (Komponente B3) gebildet wird.

[0034] Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen eignen sich hervorragend zur Behandlung von textilen Flächengebilden aus Fasermaterialien, denen hierdurch ausgezeichnete öl- und/oder wasserabweisende Eigenschaften verliehen werden können. Die Flächengebilde sind hierbei normalerweise Gewebe, Strickware oder Vliese (Nonwovens). Sie können u. a. zur Herstellung folgender Endartikel dienen: Regen- und Arbeitsbekleidung. Vorzugsweise bestehen die Textilien aus Polyamid, Polyester oder Polyester/ Baumwolle-Gemischen.

[0035] Die Behandlung der textilen Flächengebilde mit erfindungsgemäßen Zusammensetzungen kann nach bekannten Methoden erfolgen, z.B. mittels eines Foulardprozesses, wobei die Flächengebilde nach der Applikation der Zusammensetzungen getrocknet und normalerweise bei weiter erhöhter Temperatur kondensiert werden.

[0036] Wie bereits erwähnt, ist es vorteilhaft, wenn bei der Herstellung erfindungsgemäßer Zusammensetzungen zuerst nur die Komponenten A und B miteinander gemischt und gegebenenfalls mechanisch homogenisiert werden und Komponente C erst kurz vor dem Einsatz der Zusammensetzung zur Textilbehandlung hinzugefügt wird. Anschließend wird die Behandlungsflotte auf eine übliche Gebrauchskonzentration eingestellt.

[0037] Die Erfindung wird nunmehr durch Ausführungsbeispiele veranschaulicht.

Beispiel 1 (erfindungsgemäß):

[0038] Es wurde eine wässrige Flotte F1 hergestellt, welche 68 g/l einer Komponente A, 32 g/l einer Komponente B und 18,5 g/l einer Komponente C (= OLEOPHOBOL® CP-S der Firma Huntsman Textile Effects (Germany) GmbH) enthielt. Die hier verwendete Komponente C ist ein Polyacrylat mit R_F-Gruppen in der Alkoholkomponente, wobei etwa 100 % aller R_F-Gruppen 6 Kohlenstoffatome enthalten. Die verwendete Komponente A enthielt je eine Komponente A1, A2 und A3.

Beispiel 2 (nicht-erfindungsgemäßes Vergleichsbeispiel):

[0039] Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch eine andere Komponente C (OLEOPHOBOL® S) zum Einsatz kam und zwar in einer Menge von 14,5 g/l. Bei dieser Komponente C handelt es sich ebenfalls um ein Polyacrylat mit R_F-Gruppen. Der überwiegende Teil dieser R_F-Gruppen enthält jedoch 8 Kohlenstoffatome. Die so erhaltene Flotte wird nachfolgend als F2 bezeichnet.

Beispiel 3 (erfindungsgemäß):

[0040] Es wurde eine Flotte F3 hergestellt, welche 34 g/l einer Komponente A, 26 g/l einer Komponente B und 9,5 g/l der gleichen Komponente C wie in Beispiel 1 enthielt. Die hier verwendete Komponente A enthielt je eine Komponente A1, A2, A3, A4 und A6.

Beispiel 4 (nicht-erfindungsgemäßes Vergleichsbeispiel):

[0041] Beispiel 3 wurde wiederholt, wobei jedoch als Komponente C das gleiche Acrylat verwendet wurde wie in Beispiel 2 und zwar in einer Menge von 7,5 g/l.

[0042] Die so erhaltene Flotte wird nachfolgend als Flotte F4 bezeichnet.

EP 2 302 130 A1

[0043] Jede der Flotten F1 bis F4 enthielt zusätzlich noch 1 g/l 60%ige Essigsäure.

[0044] Je eine der Flotten F1 bis F4 wurde mittels Foulardierung auf ein Gewebe aus 65 % Polyester / 35 % Baumwolle aufgebracht und es wurde auf eine Flottenaufnahme von etwa 60 Gew% abgequetscht, bei 110°C getrocknet und 5 Minuten bei 150°C auskondensiert.

[0045] An den so erhaltenen Gewebeproben wurden folgende Tests durchgeführt:

- a) Ölabweisung gemäß AATCC Test Methode 118-2002
- b) Wassertropfentest gemäß AATCC Test Methode 193-2005
- c) Wasserabweisung Spraytest gemäß AATCC Test Methode 22-2005

[0046] Alle Tests wurden sowohl an der Originalgewebeprobe durchgeführt, als auch nach 30

[0047] Wäschen (60°C mit Waschmittelzusatz) der Probe. Die Wäschen wurden gemäß DIN EN ISO 6330, Waschverfahren 2A und Trocknungsverfahren E-Trommeltrocknen, durchgeführt.

[0048] Die Ergebnisse zeigt folgende Tabelle:

	Ölabweisung		Wassertropfen		Spray	
	Original	nach Wäsche	Original	nach Wäsche	Original	nach Wäsche
Gewebe mit F1 behandelt	5	4	8	7	100	80
Gewebe mit F2 behandelt	5	0	8	5	100	50
Gewebe mit F3 behandelt	5	4	8	8	100	80
Gewebe mit F4 behandelt	5	0	8	6	100	50

[0049] Bei all diesen Zahlen bedeuten höhere Werte bessere Öl- bzw. Wasserabweisung.

[0050] Es ist ganz offensichtlich, dass die mit erfindungsgemäßen Flotten F1 und F3 behandelten Gewebe bessere Eigenschaften aufweisen als die mit den Flotten F2 und F4 behandelten.

Patentansprüche

1. Wässrige Zusammensetzung, welche mindestens die Komponenten A, B und C enthält, wobei Komponente A entweder ein Gemisch ist, welches mindestens die Komponenten A1 bis A3 enthält, wobei Komponente A1 ein Paraffinwachs ist,
Komponente A2 ein Kondensationsprodukt aus einem Alkohol mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, einem veretherten, vorzugsweise quaternisierten Polymethylol-Melamin und gegebenenfalls zusätzlich einem mehrwertigen Ethanolamin ist, welches 0,05 bis 1,5 Gew.% einer Säure, vorzugsweise Essigsäure, enthalten kann, Komponente A3 Wasser ist, oder wobei
Komponente A ein Gemisch ist, das mindestens die Komponenten A4 bis A6 enthält, wobei Komponente A4 ein Polysiloxan ist, das neben an Si-Atome gebundenen Alkylgruppen noch an Si-Atome gebundene Wasserstoffatome enthält, also ein Alkyl-Wasserstoff-Polysiloxan, Komponente A5 Wasser ist und Komponente A6 ein Dispergator ist, vorzugsweise ein ethoxlierter Alkohol oder ein Gemisch ethoxlierter Alkohole ist, wobei vorzugsweise ethoxilierte lineare oder verzweigte Alkohole mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen verwendet werden, wobei
Komponente B ein Gemisch ist, welches mindestens die Komponenten B1 bis B3 enthält, wobei Komponente B1 ein Isocyanatgruppen enthaltendes Polyurethan ist, dessen Isocyanatgruppen blockiert, vorzugsweise mit einem aliphatischen Ketoxim blockiert, sind, wobei das Polyurethan vorzugsweise aus einem aromatischen oder aliphatischen, vorzugsweise einem aromatischen Diisocyanat aufgebaut ist, wobei das Diisocyanat vorzugsweise mit einem Diol mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, einem dreiwertigen aliphatischen Alkohol und einem N-alkylierten Diethanolamin oder Triethanolamin umgesetzt wurde,

wobei

Komponente B2 ein Dispergator oder ein Dispergatorgemisch ist und ethoxilierte Alkohole und gegebenenfalls einen zweiwertigen aliphatischen Alkohol und gegebenenfalls eine anorganische Säure enthält,

wobei

Komponente B3 Wasser ist,

wobei

Komponente C ein Polymer ist, das Perfluoralkylgruppen (R_F -Gruppen) enthält, wobei 55 bis 100 % aller anwesenden R_F -Gruppen 6 Kohlenstoffatome enthalten, wobei

die Zusammensetzung gegebenenfalls noch als Komponente D ein Zirkoniumsalz, vorzugsweise Zirkoniumacetat, enthält.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das R_F -Gruppen enthaltende Polymer (Komponente C) ein Polyacrylsäureester oder Polymethacrylsäureester ist, welcher in der Alkohol-Komponente R_F -Gruppen aufweist.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie sowohl die Komponenten A1 bis A3 als auch die Komponenten A4 bis A6 enthält.

4. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie die Komponenten A bis D in folgenden Mengen enthält:

35 bis 120 Gewichtsteile, vorzugsweise 45 bis 90 Gewichtsteile, besonders bevorzugt 50 bis 75 Gewichtsteile, Komponente A

1 bis 60 Gewichtsteile, vorzugsweise 5 bis 50 Gewichtsteile, besonders bevorzugt 8 bis 20 Gewichtsteile, Komponente B

1 bis 60 Gewichtsteile, vorzugsweise 1 bis 45 Gewichtsteile, besonders bevorzugt

2 bis 20 Gewichtsteile, Komponente C

0 bis 30 Gewichtsteile, vorzugsweise 0 bis 15 Gewichtsteile, besonders bevorzugt 1,5 bis 8 Gewichtsteile Komponente D.

5. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** Komponente A die Komponenten A4 bis A6 nicht enthält und dass sie die Komponenten A1 und A2 in folgenden Mengen enthält,

A1: 10 bis 30 Gew.%, vorzugsweise 12 bis 25 Gew.%

A2: 5 bis 15 Gew.%, vorzugsweise 6 bis 12 Gew.%

wobei der Rest der Komponente A durch Wasser (Komponente A3) und gegebenenfalls durch geringe Mengen Essigsäure gebildet wird.

6. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** Komponente A die Komponenten A1 bis A3 nicht enthält und dass sie die Komponenten A4 bis A6 in folgenden Mengen enthält:

A4: 25 bis 45 Gew.%, vorzugsweise 30 bis 40 Gew.%

A5: 50 bis 70 Gew%, vorzugsweise 55 bis 65 Gew%

A6: 1 bis 5 Gew%, vorzugsweise 3 bis 5 Gew%.

7. Zusammensetzung nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** Komponente A die Komponenten A1 bis A6 in folgenden Mengen enthält:

A1: 8 bis 30 Gewichtsteile, vorzugsweise 10 bis 20 Gewichtsteile

A2: 3 bis 20 Gewichtsteile, vorzugsweise 4 bis 12 Gewichtsteile

A4: 1 bis 15 Gewichtsteile, vorzugsweise 2 bis 10 Gewichtsteile

A6: 0,05 bis 3 Gewichtsteile, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gewichtsteile

wobei der Rest der Komponente A durch Wasser (Komponenten A3 und A5) gebildet wird.

8. Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** Komponente B die Komponenten B1 und B2 in folgenden Mengen enthält:

EP 2 302 130 A1

B1: 8 bis 40 Gew%, vorzugsweise 12 bis 30 Gew%

B2: 2 bis 20 Gew%, vorzugsweise 3 bis 15 Gew%

wobei der Rest der Komponente B durch Wasser (Komponente B3) gebildet wird.

- 5 **9.** Verfahren zur Behandlung von textilen Flächengebilden aus Fasermaterialien, wobei die Flächengebilde mit einer Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 behandelt und anschließend getrocknet werden.
- 10 **10.** Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Fasermaterialien aus Polyamid, Polyester oder einem Polyester/Baumwolle-Gemisch bestehen.
- 10 **11.** Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Komponente C erst kurz vor der Behandlung der Fasermaterialien mit den Komponenten A und B gemischt wird.

15

20

25

30

35

40

45

50

55



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 09 01 2250

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
A,D	EP 0 872 503 A1 (CIBA SC PFERSEE GMBH [DE]) 21. Oktober 1998 (1998-10-21) * Seite 2, Zeile 1 - Zeile 42 * * Seite 4, Zeile 43 - Seite 5, Zeile 58; Beispiele *	1-11	INV. D06M13/02 D06M13/17 D06M13/358 D06M15/227 D06M15/277 D06M15/423 D06M15/564 C08F220/24
A	EP 1 225 269 A1 (CIBA SC PFERSEE GMBH [DE] CIBA SPEZIALITAETENCHEMIEPFERS [DE]) 24. Juli 2002 (2002-07-24) * Absätze [0001] - [0016] *	1-11	
A	US 5 508 370 A (REIFF HELMUT [DE] ET AL) 16. April 1996 (1996-04-16) * Spalte 13, Zeile 48 - Spalte 16, Zeile 1 * * Seite 17, Zeile 44 - Zeile 61 *	1-11	
A	EP 0 537 578 A2 (BAYER AG [DE]) 21. April 1993 (1993-04-21) * Seite 9, Zeile 26 - Seite 15, Zeile 21 *	1-11	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
			D06M C08F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 25. Februar 2010	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 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	

 2
EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

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

EP 09 01 2250

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

25-02-2010

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0872503	A1	21-10-1998	AT 223452 T 15-09-2002
			AU 724928 B2 05-10-2000
			AU 6078898 A 15-10-1998
			BR 9801016 A 05-10-1999
			CN 1196360 A 21-10-1998
			DE 19715416 A1 15-10-1998
			ES 2181079 T3 16-02-2003
			ID 20149 A 15-10-1998
			IL 123582 A 08-08-2001
			JP 4280325 B2 17-06-2009
			JP 10306137 A 17-11-1998
			PT 872503 E 31-01-2003
			TR 9800574 A2 21-06-1999
			TW 472096 B 11-01-2002
			US 6080830 A 27-06-2000
			ZA 9802989 A 14-10-1998
EP 1225269	A1	24-07-2002	AT 289639 T 15-03-2005
			DE 50105416 D1 31-03-2005
			ES 2236055 T3 16-07-2005
US 5508370	A	16-04-1996	KEINE
EP 0537578	A2	21-04-1993	DE 4134284 A1 22-04-1993
			ES 2090445 T3 16-10-1996

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 314944 A2 [0004]
- WO 0314180 A1 [0004]
- EP 1632542 A1 [0005]
- EP 1493761 A1 [0007] [0012]
- WO 2008022985 A1 [0008]
- WO 2009000370 A1 [0017]
- EP 234724 A1 [0017]
- FR 2213333 A [0017]
- EP 872503 A1 [0025]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **Takahara.** *Macromolecules*, 2005, vol. 38, S.5699-5705 [0006]