



Patentgesuch für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **AUSLEGESCHRIFT** A3

⑪

637 800 G

⑳ Gesuchsnummer: 1117/78

⑦ Patentbewerber:
Dow Corning Corporation, Midland/MI (US)

㉑ Anmeldungsdatum: 01.02.1978

⑦ Erfinder:
Robert Edward Kalinowski, Auburn/MI (US)

③ Priorität(en): 02.02.1977 US 764674

④ Gesuch bekanntgemacht: 31.08.1983

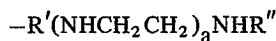
⑦ Vertreter:
E. Blum & Co., Zürich

④ Auslegeschrift veröffentlicht: 31.08.1983

⑥ Recherchenbericht siehe Rückseite

⑤ Verfahren zur Behandlung von Chemiefasern, bzw. solche Fasern enthaltenden textilen Materialien, und so behandelte Fasern und textile Materialien.

⑦ Auf die Oberfläche der Substrate wird ein Triorganosiloxanendgruppen aufweisendes Polysiloxan aufgebracht, welches im Durchschnitt mindestens zwei Stickstoff enthaltende Siloxaneinheiten, die einen Rest der Formel



tragen, aufweist. In dieser Formel bedeutet

a 0 oder 1,

R' einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest, der Alkyl, Cycloalkyl, Aryl oder Aralkyl ist, und

R'' Wasserstoff oder einen einwertigen Kohlenwasserstoffrest, der Alkyl, Cycloalkyl, Aryl oder Aralkyl ist.

Die Aminfunktionalität des Polydiorganosiloxanes, ausgedrückt als Gewichtsprozente an NH-Gruppen oder NH₂-Gruppen, bezogen auf das Gesamtgewicht, muss weniger als 4 % betragen und die übrigen organischen Reste des Polydiorganosiloxanes müssen einwertige, gegebenenfalls fluorierte, Alkyl- oder Arylkohlenwasserstoffreste sein.

Das Polysiloxan wird in Form einer Flüssigkeit aufgebracht, und durch Erhitzen, zweckmässig ohne Härter, ausgehärtet.

Dadurch wird die Verbesserung der Eigenschaften dieser Substrate, insbesondere eine Griffverbesserung, erreicht, ohne dass die Flammeigenschaften wesentlich nachteilig beeinflusst werden.



RAPPORT DE RECHERCHE RECHERCHENBERICHT

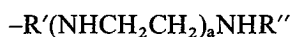
Demande de brevet No :
Patentgesuch Nr :
CH 1117/78

I.I.B. Nr. HO 13 102

Documents considérés comme pertinents Einschlägige Dokumente		
Catégorie Kategorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes. Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile	Revendications con- cernées Betrifft Anspruch Nr.
X	<p><u>US - A - 3 766 115</u> (SANDS)</p> <p>* Patentansprüche; Spalte 2, Zeile 54 bis Spalte 4, Zeile 21 *</p>	1-3
	<p>---</p> <p><u>DE - A - 24 59 936</u> (DOW CORNING)</p> <p>* Patentansprüche; Seite 4 *</p> <p>-----</p>	1-3
<p>Domaines techniques recherchés Recherchierte Sachgebiete (INT. CL.2)</p>		
<p>D 06 M 15/66</p>		
<p>Catégorie des documents cités Kategorie der genannten Dokumente:</p> <p>X: particulièrement pertinent von besonderer Bedeutung</p> <p>A: arrière-plan technologique technologischer Hintergrund</p> <p>O: divulgation non-écrite nichtschriftliche Offenbarung</p> <p>P: document intercalaire Zwischenliteratur</p> <p>T: théorie ou principe à la base de l'invention der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</p> <p>E: demande faisant interférence kollidierende Anmeldung</p> <p>L: document cité pour d'autres raisons aus andern Gründen angeführtes Dokument</p> <p>&: membre de la même famille, document correspondant Mitglied der gleichen Patentfamilie; übereinstimmendes Dokument</p>		
<p>Etendue de la recherche/Umfang der Recherche</p>		
<p>Revendications ayant fait l'objet de recherches alle Recherchierte Patentansprüche:</p> <p>Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches Nicht recherchierte Patentansprüche: Raison. Grund:</p>		
<p>Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche</p> <p>12. Dezember 1978</p>		<p>Examinateur I.I.B./I.I.B. Prüfer</p>

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Behandlung von Chemiefasern, bzw. solche Fasern enthaltenden textilen Materialien, dadurch gekennzeichnet, dass man auf die Oberfläche der genannten Substrate eine flüssige Zusammensetzung aufbringt, welche ganz oder teilweise aus einem Polydiorganosiloxan, welches mit Triorganosiloxangruppen endständig blockiert ist, besteht, wobei im Durchschnitt mindestens zwei Stickstoff enthaltende Siloxaneinheiten pro Molekül des Polysiloxanes anwesend sind, wobei jedoch die gesamte Aminfunktionalität in dem Polydiorganosiloxan weniger als 4% beträgt und diese Aminfunktionalität die Gewichtsprozent an NH-Gruppen und NH₂-Gruppen, bezogen auf das Gesamtgewicht des Polydiorganosiloxanes, sind, und wobei diese Stickstoff enthaltenden Siloxaneinheiten einen Rest der allgemeinen Formel



tragen, wobei in dieser Formel
a 0 oder 1 bedeutet,

R' einen zweiwertigen gesättigten, aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest, oder einen zweiwertigen Arylkohlenwasserstoffrest oder Aralkylkohlenwasserstoffrest bedeutet, und

R'' ein Wasserstoffatom, einen einwertigen gesättigten aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest, oder einen Arylkohlenwasserstoffrest oder Aralkylkohlenwasserstoffrest bedeutet,

und wobei alle verbleibenden organischen Reste im Polydiorganosiloxan einwertige Reste sind, die aus der Gruppe der gegebenenfalls fluorierten gesättigten aliphatischen Kohlenwasserstoffreste oder der gegebenenfalls fluorierten Arylkohlenwasserstoffreste ausgewählt sind, und wobei man sodann die aufgebrauchten Polydiorganosiloxane mit endständigen Triorganosiloxangruppen erhitzt, wodurch man ein Substrat erhält, welches auf seiner Oberfläche fixiert ein vernetztes Polydiorganosiloxan trägt.

2. Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polydiorganosiloxan auf eine Temperatur im Bereich von 50 bis 250 °C erhitzt, nachdem es auf eine thermoplastische Faser aufgebracht wurde.

3. Nach dem Verfahren gemäss Patentanspruch 1 behandelte Fasern und Textilmaterialien.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Chemiefasern, bzw. solche Fasern enthaltenden Materialien mit Organosiloxanverbindungen und nach diesem Verfahren behandelte Fasern und Textilmaterialien.

Es ist gut bekannt, dass Organosiliziumverbindungen den damit behandelten Textilien erwünschte Eigenschaften verleihen, wie z.B. einen guten Griff, antistatische Eigenschaften, ölabweisendes Verhalten und verbesserte Reissfestigkeit. Beispielsweise ist es seit langem bekannt, aushärtbare Organopolysiloxanverbindungen auf ein textiles Material oder eine Faser aufzubringen und anschliessend das aufgebrauchte Organopolysiloxan durch Einwirkung eines Härters auszuhärten, wodurch man eine Faser oder ein textiles Material erhält, das von einer Schicht des ausgehärteten Organopolysiloxanes umgeben, d.h. von diesem eingeschlossen ist.

Derartige zweikomponentige aushärtbare Zusammensetzungen weisen jedoch bestimmte Nachteile auf. Beispiels-

weise müssen die aushärtbaren Zusammensetzungen häufig in zwei oder mehr nicht aushärtenden Einzelbinden hergestellt, versandt und gelagert werden, welche dann kurz vor der Verwendung vermischt werden, um eine vorzeitige Aushärtung der Zusammensetzung zu vermeiden. Diese Erfordernisse bedingen zusätzliche Kosten, gestalten das Verfahren unpraktisch und sind zeitraubend. Darüber hinaus müssen relativ grosse Mengen zweikomponentiger aushärtbarer Zusammensetzungen dem textilen Material oder der Faser zugesetzt werden, um ausreichende Gleichmässigkeit der ausgehärteten Zusammensetzung zu gewährleisten, so dass sie gegenüber mechanischer Entfernung, wie z. B. durch Abrieb, widerstandsfähig wird.

Ein immer bedeutender werdender Nachteil von zweikomponentigen aushärtbaren Textilbehandlungsmitteln ist die Neigung derartiger ausgehärteter Organosiloxane, die sehr stark vernetzt sind, sich ungünstig auf die flammhemmenden Eigenschaften der Textilien auszuwirken, und insbesondere auf die flammhemmenden Eigenschaften aufgrund des Schmelz-Tropf-Verhaltens von thermoplastischen Textilien. Während bestimmte natürliche Fasern, wie z. B. Wolle, bestimmte flammhemmende Eigenschaften von Natur aus aufweisen, zeigen viele synthetische Textilien, wie z. B. Thermoplaste wie beispielsweise Polyäthylen, Terephthalat Säureester und Nylonarten, ein Abschmelzen des entzündeten textilen Materials durch ein Abtropfen des entflammten Materials, wodurch brennendes Material und Hitze vom Textil weggeführt wird, und wodurch man eine verminderte Entflammbarkeit erreicht. Es hat sich nun herausgestellt, dass die Anwesenheit von bestimmten ausgehärteten Organosiloxanen auf der Oberfläche derartiger Textilien das Schmelz-Abtropf-Verhalten stören, und dadurch zu einer Verminderung der feuerhemmenden Eigenschaften der Textilien beiträgt.

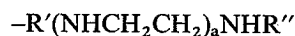
Es ist ein Ziel der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, nach welchem Chemiefasern in dauerhafter Weise behandelt werden können, wodurch die Eigenschaften wie z. B. das wasserabstossende Verhalten, die Elastizität oder Weichheit und der Griff eines textilen Materials, welches aus den genannten Fasern besteht, verbessert wird, ohne dass die feuerhemmende Fähigkeit dieses textilen Materials wesentlich vermindert wird.

Ein weiteres Ziel der vorliegenden Erfindung ist die zur Verfügungstellung eines Verfahrens zur dauerhaften Behandlung von Textilien aus Chemiefasern mit einem Polydiorganosiloxan, welches keinen Härter benötigt um die Vernetzung von Polydiorganosiloxanen zu bewirken.

Diese Ziele werden erreicht, indem man das erfindungsgemässe Verfahren anwendet, welches darin besteht, dass man auf die genannten Substrate bestimmte Polydiorganosiloxane aufbringt, welche siliziumgebundene Amino enthaltende Reste aufweisen, und die aufgebrauchten Polydiorganosiloxane erhitzt. Die so erhaltenen Substrate weisen auf ihrer Oberfläche ein vernetztes Polydiorganosiloxan fixiert auf, welches gegenüber der Entfernung durch Waschvorgänge widerstandsfähig ist. Ein feuerhemmendes textiles Material zeigt verbesserte Eigenschaften, wie z. B. einen verbesserten Griff, ohne dass die Feuerhemmeigenschaften vermindert werden, wenn das Polydiorganosiloxan schwach vernetzt ist. Textilien, die Chemiefasern und andere Fasern, wie z. B. Baumwolle, enthalten, können ebenso nach dem erfindungsgemässen Verfahren behandelt werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Behandlung von Chemiefasern, bzw. solche Fasern enthaltenden textilen Materialien, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man auf die Oberfläche der genannten Substrate eine flüssige Zusammensetzung aufbringt, welche ganz oder teilweise aus einem Polydiorganosiloxan, welches

mit Triorganosiloxangruppen endständig blockiert ist, besteht, wobei im Durchschnitt mindestens zwei Stickstoff enthaltende Siloxaneinheiten pro Molekül des Polysiloxanes anwesend sind, wobei jedoch die gesamte Aminfunktionalität in dem Polydiorganosiloxan weniger als 4% beträgt und diese Aminfunktionalität die Gewichtsprozent an NH-Gruppen und NH₂-Gruppen, bezogen auf das Gesamtgewicht des Polydiorganosiloxanes, sind, und wobei diese Stickstoff enthaltenden Siloxaneinheiten einen Rest der allgemeinen Formel



tragen, wobei in dieser Formel

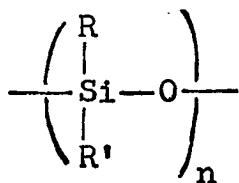
a 0 oder 1 bedeutet,

R' einen zweiwertigen gesättigten, aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest, oder einen zweiwertigen Arylkohlenwasserstoffrest oder Aralkylkohlenwasserstoffrest bedeutet, und

R'' ein Wasserstoffatom, einen einwertigen gesättigten aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest, oder einen Arylkohlenwasserstoffrest oder Aralkylkohlenwasserstoffrest bedeutet,

und wobei alle verbleibenden organischen Rest im Polydiorganosiloxan einwertige Reste sind, die aus der Gruppe der gegebenenfalls fluorierten gesättigten aliphatischen Kohlenwasserstoffreste oder der gegebenenfalls fluorierten Arylkohlenwasserstoffreste ausgewählt sind, und wobei man sodann die aufgebrauchten Polydiorganosiloxane mit endständigen Triorganosiloxangruppen erhitzt, wodurch man ein Substrat erhält welches auf seiner Oberfläche fixiert ein vernetztes Polydiorganosiloxan trägt.

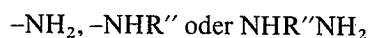
In der USA-Patentschrift Nr. 3 766 115 wird ein Ausrüstungsmittel zur Ausrüstung eines non-woven fasrigen Bahnmaterials aus Polypropylfasern beschrieben, wobei das Ausrüstungsmittel im wesentlichen aus einer Mischung von zwei Polysiloxananteilen in einem Gewichtsverhältnis von 9:1 bis 1:9 besteht. Die erste Komponente ist dabei eine härtbare Komponente, welche eine Aminfunktionalität im Bereich von etwa 4 bis 7% aufweist, und die Formel



aufweist, in welcher

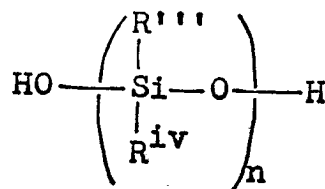
R und R' unabhängig voneinander Alkylgruppen mit 1-20 Kohlenstoffatomen, Alkoxyalkylgruppen mit 2-20 Kohlenstoffatomen, Aminoalkylgruppen mit 3-20 Kohlenstoffatomen und Aminoalkoxyalkylgruppen mit 3-20 Kohlenstoffatomen besitzen,

unter der Voraussetzung, dass die Aminogruppe vom Siliziumatom durch mindestens drei Kohlenstoffatome getrennt ist, wobei die Aminogruppe eine Gruppierung der Formeln



sein muss, in welcher

R'' ein Alkanrest mit 1-6 Kohlenstoffatomen ist, und n eine Zahl im Bereich von 10 bis 50 bedeutet, und wobei die zweite Komponente eine Schmiermittelkomponente ist, welche Hydroxylendgruppen besitzt, und die folgende Formel aufweist:



in welcher

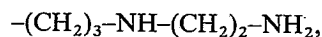
R''' und R^{iv} unabhängig voneinander Alkylgruppen mit 10 bis zu 21 Kohlenstoffatomen oder Arylgruppen mit 11 Kohlenstoffatomen bedeuten, und

n eine Zahl im Bereich von etwa 10 bis 50 ist.

Auch in dieser USA-Patentschrift wird die Aminfunktionalität der ersten Komponente als Gewichtsprozent an NH- oder NH₂-Gruppen ausgedrückt, die in dem Polysiloxan anwesend sind. Dabei wird in Spalte 3, Zeilen 36-44 dieser Patentschrift erläutert, dass bei einer Aminfunktionalität von weniger als 4% unzureichende Färbbarkeit und keine dauernde Zurückhaltung der Farbe auf dem Substrat während des gesamten Färbverfahrens des Teppichs erreicht wird. Andererseits besitzen Polysiloxane mit einer Funktionalität von über 7% die Neigung, zu reaktiv für eine angenehme Aufbringung auf das non-woven Substrat zu sein, und sie können auch zu einer wesentlichen Schädigung, wie z. B. einem Brechen der Fasern und einem Verlust der Reißfestigkeit während des nachfolgenden Noppensetzverfahrens führen, wobei diese fraglichen Nachteile durch die Zugabe von Schmiermitteln nicht in ausreichender Weise behoben werden können.

Die beim erfindungsgemässen Verfahren einzusetzenden Polydiorganosiloxane unterscheiden sich von den gemäss der USA-Patentschrift Nr. 3 766 115 als erste Komponente einzusetzenden Siloxanen dahingehend, dass sie zwingendermassen mindestens zwei Amingruppen pro Molekül aufweisen müssen, und dass dennoch ihre Aminfunktionalität unterhalb des dort angegebenen Bereiches liegen muss, d. h. also weniger als 4% betragen muss. Ein weiterer Unterschied zwischen dem beim erfindungsgemässen Verfahren einzusetzenden Behandlungsmittel und den in der USA-Patentschrift Nr. 3 766 115 beschriebenen Behandlungsmitteln besteht darin, dass die beim erfindungsgemässen Verfahren eingesetzten Behandlungsmittel zusätzlich zu den Stickstoff enthaltenden Polysiloxan im allgemeinen kein weiteres Siloxan enthalten, d. h. die zweite, keinen Stickstoff enthaltende, Hydroxylgruppen aufweisende Siloxananteile der in der USA-Patentschrift Nr. 3 766 115 beschriebenen Behandlungsmittel fehlt hier.

Auch in der deutschen Offenlegungsschrift Nr. 2 459 936 ist ein Verfahren zur Behandlung von Synthesefasern durch Aufbringung einer Organosiloxanzubereitung beschrieben, wobei diese Zubereitung ein Organosilan aufweist, welches wenigstens zwei Aminogruppen besitzt, und zusätzlich dazu noch ein Polydiorganosiloxan mit endständigen, an Silizium gebundenen Hydroxylgruppen, und ferner auch noch ein Silan, bei dem an das Siliziumatom 3 oder 4 Alkoxy- oder Alkoxyalkoxygruppen mit 1-4 Kohlenstoffatomen und 0 oder 1 Wasserstoffatome oder einwertige, gegebenenfalls halogenierte Kohlenwasserstoffreste gebunden sind, oder ein Teilhydrolysat dieses Silans enthält. Die in diesem Behandlungsmittel enthaltene Stickstoff aufweisende Komponente ist jedoch ein Organosilan, welches nur ein einziges Siliziumatom aufweist, an das der wenigstens zwei Aminogruppen aufweisende Rest, beispielsweise ein Rest der Formel



über eine Silizium-kohlenstoff-bindung gebunden ist, während die anderen an dieses Siliziumatom gebundenen Reste 2

oder 3 Alkoxy- oder Alkoxyalkoxyreste und 0 oder 1 Alkyl- oder Arylreste sind, wobei gegebenenfalls auch ein Teilhydrolysat dieses Amingruppen aufweisenden Organosilanes eingesetzt werden kann. Es werden dort jedoch keine Amingruppen aufweisenden Polydiorganosiloxane beschrieben.

Bei der Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens wird das Amingruppen aufweisende Polydiorganosiloxan, wenn es auf Chemiefasern aufgebracht ist, die thermoplastisch sind, vorzugsweise durch Erhitzung auf eine Temperatur im Bereich von 50–250 °C gehärtet.

Des weiteren betrifft die vorliegende Erfindung nach dem erfindungsgemässen Verfahren behandelte Fasern und Textilmaterialien.

Die Chemiefaser kann neben einem synthetischen Polymer irgendwelche andere Komponenten enthalten, wie sie üblicherweise bei der Herstellung von synthetischen Fasern angewandt werden, wie z. B. Mattierungsmittel, feuerhemmende Mittel und Farbstoffe. Sie kann in Form einer einzelnen synthetischen Faser bzw. eines Filamentes, oder zusammen mit einer Vielzahl von synthetischen Fasern vorliegen. So können Bündel von Fasern bzw. Filamenten, Garne, Fäden, Schussgarne oder Stoffe, wie z. B. gewobene Stoffe, filzartige Stoffe aus unregelmässig angeordneten Fasern oder auch gewirkte Stoffe erfindungsgemäss behandelt werden.

Chemiefasern sind beispielsweise, aber nicht ausschliesslich, Fasern aus Cellulosederivaten, wie z. B. Celluloseacetat, vinyliche Fasern, wie z. B. Polyäthylen, Polypropylen und Polyacrylnitril, und Kondensationsfasern, wie z. B. Polyamide, Polyester, Polyimide und Polycarbonate.

Von besonderem Interesse im Hinblick auf die vorliegende Erfindung sind die Polyamide, wie z. B. die Nylone, und Polyester, wie z. B. Polyäthylen-terephthalsäure-ester, die zur Herstellung von orientierten und nicht orientierten Fasern verwendet werden, welche zur Herstellung von Filamenten, Fäden, Garnen, Schussgarnen und Stoffen wie z. B. gewobenen Stoffen, gewirkten Stoffen und nicht gewobenen Stoffen aus unregelmässig zusammengesetzten Fasern (Filzen) dienen.

Die flüssige Zusammensetzung, welche auf das Substrat nach dem erfindungsgemässen Verfahren aufgebracht wird, besteht ganz oder teilweise aus einem Polydiorganosiloxan, welches endständige Triorganosiloxangruppen aufweist.

In den Fällen, in welchen das Polydiorganosiloxan unter üblichen Umgebungsbedingungen keine Flüssigkeit ist, kann eine flüssige Zusammensetzung hergestellt werden, indem man eine übliche Verfahrensweise anwendet. Beispielsweise kann eine flüssige Zusammensetzung hergestellt werden, indem man ein nicht flüssiges Polydiorganosiloxan in einem geeigneten Medium, wie z. B. einer organischen Flüssigkeit oder Wasser, löst, dispergiert oder emulgiert. Selbstverständlich ist es auch möglich, dass ein flüssiges Polydiorganosiloxan anstelle oder zusätzlich zu einem nicht flüssigen Polydiorganosiloxan nach einer der genannten geeigneten Methoden zur Herstellung von flüssigen Zusammensetzungen gehört dispergiert oder emulgiert werden kann.

Unter dem Ausdruck «Umgebungsbedingungen» werden die Bedingungen der Zeit, der Temperatur und des Druckes verstanden, welche während der Behandlung der Fasern nach dem erfindungsgemässen Verfahren angewandt werden. Dementsprechend ist es erfindungsgemäss, eine Zusammensetzung, welche bei Zimmertemperatur nicht flüssig ist, bei einer höheren Temperatur, bei der sie flüssig ist, anzuwenden.

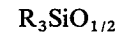
Die flüssige Zusammensetzung kann ebenso weitere, nicht notwendige Komponenten enthalten, wie z. B. Pigmente, Emulgatoren, feuerhemmende Zusätze, Weichmacher, antistatische Ausrüstungsmittel und Geruchsstoffe, wenn dies erwünscht ist.

In vielen Fällen ist es erwünscht eine sehr kleine Menge, beispielsweise weniger als 1 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Faser, von Polydiorganosiloxan auf die Oberfläche der Faser anzuwenden und dort dauerhaft zu fixieren. In dieser Hinsicht ist es oft erwünscht eine verdünnte Lösung oder eine Suspension oder Emulsion des Polydiorganosiloxanes herzustellen und die so erhaltene verdünnte flüssige Zusammensetzung auf die Faser anzuwenden.

Die Viskosität der flüssigen Zusammensetzung ist nicht kritisch. Die flüssige Zusammensetzung sollte ausreichend fließfähig sein, um nach dem erfindungsgemässen Verfahren anwendbar zu sein, d. h. die Zusammensetzung sollte auf die erwünschte Oberfläche der Fasern bei den Verfahrensbedingungen aufbringbar sein. Die Flüchtigkeit der Polydiorganosiloxane sollte ausreichend klein sein, so dass zumindestens ein Teil dieser Substanzen mit der Oberfläche der Fasern bei den Betriebsbedingungen in Kontakt bleibt, so dass dieser Anteil dauerhaft auf der Oberfläche der Fasern fixiert werden kann.

Das Polydiorganosiloxan mit Triorganosiloxanendgruppen ist vorzugsweise eine Flüssigkeit, welche eine Viskosität von weniger als etwa 100 Pascal-Sekunden (100 000 cp) bei 25 °C aufweist. Erwünschte Resultate bezüglich des Griffes eines textilen Materiales, welches aus den behandelten Fasern besteht, werden erhalten, wenn die Viskosität des Polydiorganosiloxanes bei 25 °C einen Wert von weniger als 10 Pascal-Sekunden, und insbesondere im Bereich von 0,1 bis 5 Pascal-Sekunden aufweist.

Das Polydiorganosiloxan mit Triorganosiloxanendgruppen besteht im wesentlichen aus endständigen Triorganosiloxaneinheiten der allgemeinen Formel



und einem Gerüst aus Diorganosiloxaneinheiten der allgemeinen Formel



Spurenmengen von anderen Siloxaneinheiten im Polydiorganosiloxan, wie z. B. $SiO_{4/2}$ und $RSiO_{3/2}$, welche normalerweise als Verunreinigungen im handelsüblichen Polydiorganosiloxan vorhanden sind, dürfen bei der Ausführung des erfindungsgemässen Verfahrens ohne weiteres anwesend sein. Die Reste R in den obigen Siloxaneinheiten sind mit dem Siliziumatom über Silizium-Kohlenstoff-Bindungen gebunden, und es handelt sich dabei entweder um Stickstoff enthaltende Reste der allgemeinen Formel $-R'(NHCH_2CH_2)_aNHR''$ oder um einwertige Kohlenwasserstoffreste oder einwertige Kohlenwasserstoffreste, welche alle keinerlei aliphatische Ungesättigtheit aufweisen.

Die Stickstoff enthaltenden Reste der obigen Formel sind mit dem Siliziumatom über eine Wertigkeit des zweiwertigen Restes R' verbunden, wobei die andere Bindung des genannten Restes R' zu einem Stickstoffatom führt. Geeignete zweiwertige Kohlenwasserstoffreste R' sind also gesättigte aliphatische oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffreste, wie z. B. Alkylreste der allgemeinen Formeln $-C_nH_{n-}$, beispielsweise die Reste $-CH_2-$, $-CH_2CH_2-$, $-CH_2CH_2CH_2-$, $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ und $-(CH_2)_4-$ und Cycloalkylreste der allgemeinen Formel $-C_nH_{2n-2}-$, wie z. B. Cyclohexylen-1,4; und Aryl- oder Aralkyl-Kohlenwasserstoffreste, wie z. B. p-Phenylen, m-Phenylen, $-(CH_2)_nC_6H_4-$, $-(CH_2)_nC_6H_4(CH_2)_n-$ und die ringalkylierten Derivate dieser Reste. In den obigen Formeln ist n 1 bis und mit 18, und vorzugsweise 3 bis und mit 8. Polydiorganosiloxane, bei welchen die Stickstoff enthaltenden Re-

ste einen Propylenrest, wie z. B. $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$, oder einen alkylierten Propylenrest, wie z. B. $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$ als Rest R' aufweisen, sind bevorzugt, und zwar wegen der Leichtigkeit ihrer Herstellung und ihrer guten Verfügbarkeit.

Die Stickstoff enthaltenden Reste der obigen Formel weisen ebenso einen an Stickstoff gebundenen einwertigen Rest R'' auf, welcher ein Wasserstoffatom sein kann, was bevorzugt ist, oder ein einwertiger Kohlenwasserstoffrest, welcher frei von aliphatischer Ungesättigkeit ist, d. h. gesättigte aliphatische oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffreste, wie z. B. Alkylreste der allgemeinen Formel $-\text{C}_m\text{H}_{2m+1}$, beispielsweise ein Methylrest, Äthylrest, Propylrest, Butylrest oder Isobutylrest, sowie Cycloalkylreste der allgemeinen Formel $-\text{C}_m\text{H}_{2m-1}$, wie beispielsweise der Cyclohexylrest, oder Aryl- oder Aralkyl-Kohlenwasserstoffreste, wie z. B. der Phenylrest, Benzylrest und/oder Tolyrest. In der obigen Formel besitzt m einen Wert von 1 bis und mit 18, und vorzugsweise von 1 bis und mit 6.

Alle Reste R in den obigen Siloxaneinheiten, welche keine Stickstoff enthaltenden Reste in der obigen Formel sind, sind einwertige Reste, frei von aliphatischer Ungesättigkeit und gewählt aus einwertigen, gesättigten aliphatischen Kohlenwasserstoffresten und Aryl-Kohlenwasserstoffresten, z. B. die oben unter R'' genannten Ausführungsformen und ihren fluorierten Derivaten, wie z. B. 3,3,3-Trifluorpropylreste, Pentafluorbutylreste, Pentafluorphenylreste und α, α, α -Trifluortolyreste.

Es sei darauf hingewiesen, dass Spuren Mengen von anderen einwertigen Resten als Reste R in den Polydiorganosiloxanen als verunreinigende Reste anwesend sein können, wie z. B. Reste die entsprechend der individuellen Herstellungsweise des genannten Polydiorganosiloxanes auftreten, welche später erwähnt werden. Beispielsweise besteht eine einfache Darstellungsweise von Stickstoff enthaltenden Siloxanen darin, dass man ein geeignetes Amin mit einem Siloxan oder einem Silan, welches einen Chlorpropylrest trägt, umsetzt. Ein grosser Prozentsatz der Chlorpropylreste wird dabei in Amin enthaltende Propylreste umgewandelt, und irgendwelche unumgesetzten Chlorpropylreste bleiben als verunreinigende Reste zurück.

Gemäss dem oben Gesagten bestehen Triorganosiloxan- endgruppen-blockierte Polydiorganosiloxane, welche für die Verwendung im erfindungsgemässen Verfahren geeignet sind, im wesentlichen aus Stickstoff enthaltenden Siloxaneinheiten $\text{R}''\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_a\text{R}'\text{SiO}_{1/2}$ und $\text{R}''\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_a\text{R}'\text{SiO}_{2/2}$, und stickstofffreien Siloxaneinheiten, $-\text{SiO}_{1/2}$ und $-\text{SiO}_{2/2}$, wobei die nicht näher bezeichneten Siliziumvalenzen durch die oben genannten stickstofffreien Reste R abgesättigt werden. Solche bevorzugten stickstofffreien Reste R sind der Methylrest, der Phenylrest und der 3,3,3-Trifluorpropylrest, und der bevorzugte Stickstoff enthaltende Rest R ist $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$, wodurch man bevorzugte Siloxaneinheiten der Formeln $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$, $\text{CF}_3-\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1/2}$, $\text{CH}_3(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiO}_{1/2}$, $\text{C}_6\text{H}_5(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1/2}$, $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{2/2}$, $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{SiO}_{2/2}$, $\text{CH}_3(\text{C}_6\text{H}_5)\text{SiO}_{2/2}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiO}_{2/2}$, $\text{Z}(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1/2}$, $\text{Z}(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiO}_{1/2}$, $\text{Z}(\text{C}_6\text{H}_5)(\text{CH}_3)\text{SiO}_{1/2}$, $\text{Z}(\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2)(\text{CH}_3)\text{SiO}_{1/2}$, $\text{Z}(\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2)\text{SiO}_{2/2}$, $\text{Z}(\text{CH}_3)\text{SiO}_{2/2}$ und $\text{Z}(\text{C}_6\text{H}_5)\text{SiO}_{2/2}$ erhält, wobei in diesen Formeln Z den bevorzugten Rest $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ bedeutet. Polydiorganosiloxane, bei welchen mindestens 50% der Reste R Methylreste sind, sind für die Behandlung von synthetischen Fasern bevorzugt. Polydiorganosiloxane, bei welchen eine Hauptmenge und vorzugsweise mehr als 90% der Siloxaneinheiten Dimethylsiloxaneinheiten sind, sind bevorzugt, um einen verbesserten Griff an Textilien zu verleihen, welche aus erfindungsgemäss behandelten Chemiefasern bestehen.

Wie bereits oben angeführt, können die Aminogruppen enthaltenden Siloxaneinheiten des Triorganosiloxan endgruppenblockierten Polydiorganosiloxans endständige Triorganosiloxaneinheiten oder Diorganosiloxaneinheiten des Gerüsts, oder auch beides, d. h. endständige oder Gerüst-Siloxaneinheiten sein.

Damit die Chemiefaser oder ein textiles Material, das aus Chemiefasern hergestellt ist, bezüglich der flammhemmenden Eigenschaften nicht wesentlich verändert wird, muss das aufgebrachte Polydiorganosiloxan im Durchschnitt mindestens zwei Stickstoff enthaltende Siloxaneinheiten pro Molekül des Siloxanes enthalten, jedoch muss ferner seine Aminofunktionalität weniger als 4% betragen. Die Aminofunktionalität ist, wie bereits weiter vorne erläutert wurde, als Gewichtsprozente an NH-Gruppen und NH_2 -Gruppen, bezogen auf das Gesamtgewicht des Polysiloxanes, definiert, so dass bei einem Polydiorganosiloxan mit relativ geringem Molekulargewicht eine Aminofunktionalität von bis zu nahezu 4% bereits bei zwei Stickstoff enthaltenden Einheiten pro Molekül erreicht sein kann, während bei einem Polydiorganosiloxan mit höherem Molekulargewicht bis zu etwa vier Stickstoff enthaltende Siloxaneinheiten vorhanden sein können, ohne dass die Aminofunktionalität von weniger als 4% überschritten ist. Dementsprechend sollte ein Polysiloxan mit bis zu 100 Siloxaneinheiten pro Molekül im allgemeinen nur den durchschnittlichen Mindestwert von zwei Stickstoff enthaltenden Einheiten pro Molekül aufweisen, während ein Polydiorganosiloxan mit mehr als 100 Siloxaneinheiten pro Molekül zwischen zwei und etwa 4 Stickstoff enthaltenden Siloxaneinheiten pro Molekül aufweisen kann und immer noch die gewünschte feuerhemmende Wirkung aufrechterhalten bleibt.

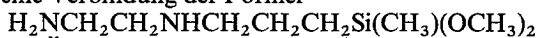
Die Entflammbarkeit eines textilen Materials wird häufig nach dem Test Nr. FF 3-71 des US-Handelsministeriums «Standard für die Entflammbarkeit von Kinderbettwäsche» (Department of Commerce Test No. FF 3-71, «Standard for the Flammability of Children's Sleepware») bestimmt. Um den Test DOC FF 3-71 zu bestehen, darf eine spezifizierte Textilprobe auf ihrer ganzen Länge von 254 mm nicht brennen, und die Länge des verkohlten (bzw. angesengten) Materials darf nicht 177,8 mm übersteigen. Darüber hinaus darf keinerlei Material, das von der brennenden Probe abfällt, länger als 10 Sekunden brennen (Restfeuer). Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung werden die flammhemmenden Eigenschaften eines textilen Materials aufgrund der Versengungslängen und Brennlängen-Erfordernisse des Testes DOC FF 3-71 in der revidierten Fassung DOC FF 5-74 bestimmt, wobei die Restfeuer bei der Beurteilung der Probe nicht in Betracht gezogen wurde. Dementsprechend hat in dem Fall, in welchem keine von 5 Proben auf der ganzen Länge brannte, und die mittlere Länge der Versengung der 5 Proben 177,8 mm nicht überstieg, die Textilprobe den Feuerhemm-Test bestanden. Wenn ein Textilmaterial, das nicht nach dem erfindungsgemässen Verfahren behandelt wurde, den Test DOC FF 5-74 bestanden hat, so kann ein identisches Textilmaterial, welches nach dem erfindungsgemässen Verfahren behandelt wurde, ebenso den Test DOC FF 5-74 bestehen, je nachdem ob die Anzahl der Aminogruppen enthaltenden Siloxaneinheiten im Polydiorganosiloxan grösser oder nicht grösser als etwa zwei ist. Unter dem Ausdruck «identisches Textilmaterial» wird verstanden, dass die Testproben von dem gleichen Textilmaterial gezogen werden und gleichen Behandlungsbedingungen unterworfen werden, wie z. B. Entfetten (Waschen), Spülen, Trocknen, Erhitzen und die Behandlungsweise nach dem erfindungsgemässen Verfahren, jedoch mit der Ausnahme, dass das behandelte Textilmaterial mit einer flüssigen Zusammensetzung, die im wesentlichen aus Polydiorganosiloxan-Polymeren bestand,

während mindestens einer Zeitspanne des Erhitzungsschrittes in Kontakt war, während das unbehandelte Textilmaterial während des Erhitzungsschrittes diesem Kontakt nicht ausgesetzt worden war.

Verfahrensweisen zur Herstellung von Triorganosiloxan-endgruppenblockierten Polydiorganosiloxan-Polymeren, welche nach dem erfindungsgemässen Verfahren angewandt werden, sind nach dem Stand der Technik gut bekannt. Dementsprechend kann ein Triorganosiloxan-endgruppenblockiertes Polydiorganosiloxan, welches eine beschränkte Anzahl an geeigneten reaktiven Gruppen trägt, wie z. B. die Gruppen $\equiv \text{SiH}$ oder $\equiv \text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$, die mit $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ oder $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ umgesetzt werden, wodurch man analoge Polydiorganosiloxane erhält, in welchen die reaktiven Gruppen in $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ -Gruppen und $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ -Gruppen umgewandelt wurden. Kleine Mengen von unumgesetzten Gruppen der Formeln $\equiv \text{SiH}$ oder $\equiv \text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ können als verunreinigende Gruppen zurückbleiben, wie das weiter oben diskutiert wurde. Alternativerweise kann ein geeignetes Triorganosiloxan endgruppenblockiertes Polydiorganosiloxan aus Amino enthaltenden Silanen oder Siloxanen hergestellt werden, indem man gut bekannte Verfahrensweisen der Hydrolyse und der Gleichgewichtsbildung anwendet. Beispielsweise werden von Pike, et al., US-Patent Nr. 3 033 815, Speier, US-Patent Nr. 3 146 250 und Brown, US-Patent Nr. 3 355 424 in den genannten Patentschriften Grundlagen angegeben, welche auf die Herstellung von Polydiorganosiloxanen angewandt werden können, welche bei der Ausführung des erfindungsgemässen Verfahrens geeignet sind.

Im allgemeinen ist es bevorzugt, geeignete Polydiorganosiloxane dadurch herzustellen, dass Gleichgewichtsbildung zwischen einem Hydrolysat eines Silans der allgemeinen Formel $\text{R}'\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_a\text{R}'\text{Si}(\text{R}')\text{Y}_2$ mit einem cyclischen Siloxan der allgemeinen Formel $(\text{R}_2\text{SiO})_x$ und einer Quelle für endgruppenblockierende Einheiten, z. B. Bindungen der Formel R_3SiY , hergestellt wird, wobei in den obigen Formeln Y eine hydrolysierbare Gruppe oder ein hydrolysierbares Atom bedeutet und x einen Wert im Bereich von 3 oder mehr aufweist, und wobei R und R' wie oben definiert sind.

Ein für die Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens besonders bevorzugtes Polydiorganosiloxan mit Triorganosiloxan Endgruppen kann hergestellt werden, indem man eine Verbindung der Formel



in einem Überschuss an Wasser hydrolysiert und das so erhaltene Hydrolysat mit Dimethylcyclopolysiloxan und Decamethyltetrasiloxan der Gleichgewichtsbildung unterwirft, wobei man einen basischen Katalysator wie z. B. Kaliumhydroxyd anwendet, wodurch man ein Polydiorganosiloxan erhält, welches etwa 100 Siloxaneinheiten umfasst und wobei 2 dieser Siloxaneinheiten Aminoäthylaminopropylreste tragen.

Eine besonders bevorzugte flüssige Zusammensetzung für die Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens kann hergestellt werden, indem man eine verdünnte wässrige Emulsion des oben erwähnten besonders bevorzugten Polydiorganosiloxanes herstellt, indem man ein geeignetes Emulgiermittel, wie z. B. ein nichtionisches Emulgiermittel anwendet.

Bei der Ausführung des erfindungsgemässen Verfahrens kann die flüssige Zusammensetzung auf die Oberfläche der Fasern in irgendeiner geeigneten Weise aufgebracht werden, wie z. B. durch Aufbürsten, Spülen, Eintauchen, Eintunken, Aufsprühen, Bestäuben, mittels thermischer Übertragungsmethode, sowie mittels Fliessbettverfahren. Die flüssige Zu-

sammensetzung kann auf die gesamte Oberfläche der Fasern aufgebracht werden oder auf jeden beliebigen Anteil der Oberflächen, je nachdem wie dies erwünscht ist.

Die aufgebrauchte flüssige Zusammensetzung wird vernetzt, indem man sie erhitzt, und zwar mit Vorteil auf eine Temperatur im Bereich von über Raumtemperatur bis zu einer Temperatur unterhalb jener, bei welcher Schmelzen oder Zersetzung der synthetischen Faser eintritt. Jedes Erhitzen kann während jeder beliebigen Zeitspanne ausgeführt werden, sofern die angewandte Zeitspanne ausreichend ist, um das Polydiorganosiloxan zu vernetzen und auf den Oberflächen der Fasern zu fixieren.

Die Erhitzung der Zusammensetzung kann nach irgendeiner beliebigen Verfahrensweise oder Kombination von Verfahrensweisen ausgeführt werden, so z. B. durch Bestrahlen mit Infrarot; zur Übertragung von einem geeigneten heissen fließfähigen Material wie z. B. heisser Luft oder Dampf; elektrischen Heizelementen und Mikrowellenheizvorrichtungen. Alternativerweise kann die flüssige Zusammensetzung auch auf heisse Fasern aufgebracht werden. Die Fasern oder das Polydiorganosiloxan sollten nicht zu hoch erhitzt werden, so dass die Fasern nicht schmelzen oder dass sie in irgendeiner anderen Weise nachteilig beeinflusst werden, wie z. B. durch Zersetzung der Fasern und/oder des Polydiorganosiloxanes.

Es hat sich herausgestellt, dass die bevorzugten Polydiorganosiloxane, die oben beschrieben wurden, auf der Oberfläche einer synthetischen Faser bei Temperaturen bis herab zu etwa 50°C vernetzen. Beispielsweise kann das erfindungsgemässe Verfahren als Gewebeveredlungsverfahren, bzw. als Verfahren zum Weichmachen von Textilmaterialien, während einem Waschvorgang bei Temperaturen zwischen 50 und 70°C angewandt werden, wie z. B. beim Spül- und Trocknenzyklus bei automatischen Waschmaschinen.

Ein Gegenstand, dessen Fasern nach dem erfindungsgemässen Verfahren behandelt werden können, kann entweder ausschliesslich aus Chemiefasern bestehen, oder der genannte Gegenstand kann andere Komponenten ebenso umfassen, welche nicht Chemiefasern sind. Beispielsweise ist es ein Ziel der vorliegenden Erfindung Oberflächen von Textilmaterialien zu behandeln, welche Bestandteile aus Wolle oder Baumwolle enthalten. Die Oberfläche dieser anderen Bestandteile kann oder kann auch nicht in Konkurrenz zu den synthetischen Fasern nach dem erfindungsgemässen Verfahren modifiziert werden.

Nachdem die Fasern behandelt worden sind, d. h. nachdem die flüssige Zusammensetzung aufgebracht wurde, und auf eine geeignete Temperatur erhitzt worden war, wie dies oben beschrieben worden ist, ist das Polydiorganosiloxan vernetzt und dauerhaft auf der Oberfläche der Faser fixiert.

Unter «Fixierung» wird verstanden, dass das vernetzte Polydiorganosiloxan von der Oberfläche der Faser mittels 10 Maschinen-Waschvorgängen gemäss dem Testverfahren AATCC 124-1973 nicht auf einen nicht nachweisbaren Wert abgewaschen werden kann.

Unter dem Ausdruck «vernetztes Polydiorganosiloxan» wird verstanden, dass das dauerhaft fixierte Polymer nicht in Toluol gelöst werden kann, indem man eine oder mehrere der folgenden Verfahrensweisen anwendet. Dementsprechend wird Polydiorganosiloxan als vernetzt angesehen, wenn

1. es nicht von der Oberfläche der Faser bei einer Temperatur unterhalb des Schmelzpunktes der Faser abgelöst werden kann, oder

2. wenn die Faser gelöst wird und ein Polydiorganosiloxan-Polymer zurückbleibt, wobei dieses Polymer in Toluol unlöslich ist, oder

3. wenn die Zusammensetzung aus Faser und dauerhaft fixiertem Polydiorganosiloxan in Toluol nicht gelöst werden kann, oder

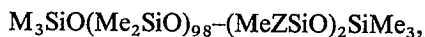
4. wenn die Faser geschmolzen wird, wobei ein Polydiorganosiloxan-Polymer zurückbleibt, und wobei dieses Polymer in Toluol unlöslich ist.

Lösungsmittel für synthetische Fasern und Polydiorganosiloxan-Polymere sind dem Fachmann der synthetischen Polymerchemie gut bekannt.

Es sei festgehalten, dass das erfindungsgemässe Verfahren angewandt werden kann, um ein Endprodukt, welches Chemiefasern enthält, zu modifizieren, oder um Fasern zu modifizieren, aus welchen man schliesslich ein Endprodukt herstellt. Beispielsweise ist es ein Ziel der vorliegenden Erfindung, Chemiefasern oder Chemiefilamente zu jedem geeigneten Zeitpunkt bei deren Herstellung oder anschliessend zu behandeln und schliesslich einen Gegenstand aus diesen herzustellen, wie z. B. ein Garn oder ein Gewebe, welches aus diesen modifizierten Fasern oder Filamenten besteht. Alternativerweise kann ein Gewebematerial (textiles Material), welches aus Chemiefasern oder Chemiefilamenten besteht, hergestellt werden, und anschliessend können zumindestens die Teile dieses textilen Materials, welche aus synthetischen Fasern bestehen, nach dem genannten Verfahren modifiziert werden. Die vorliegende Erfindung sei nun anhand der folgenden Beispiele näher erläutert. In den Beispielen sind alle angegebenen Teile Gewichtsteile.

Beispiel 1

Ein Siloxan der Formel



wobei in dieser Formel Me eine CH_3 -Gruppe und Z eine Gruppe der Formel



bedeutet, wurde emulgiert indem man eine Mischung aus 66,9 Teilen Wasser, 1,8 Teilen Tergitol[®]TMN-6, einem nichtionischen, oberflächenaktiven Mittel und 1,3 Teilen Igepal[®] einem nicht-ionischen, oberflächenaktiven Mittel pro je 30 Teilen Siloxan anwandte. Das Siloxan wurde mit der Mischung vermischt, indem man mechanische Rührwerke anwandte, und die Mischung wurde zweimal bei einem Druck von 422 kg/cm² (6000 psi) homogenisiert. Die so erhaltene 30gewichtsprozentige Siloxanemulsion wurde mit Wasser verdünnt, je nachdem wie dies für die folgenden Beispiele erforderlich war. Gewogene Proben von vorgewaschenen und getrockneten gewirkten Stoffen aus Polyäthylen-Terphthalsäureester (PET) und Nylon wurden unter Verwendung der obigen Emulsionen verschiedener Konzentration eingeweicht. Die eingeweichten Proben wurden auf 204 °C während 90 Sekunden erhitzt und während 15 Minuten bei 77 °C mit einer 0,1prozentigen Triton[®]X-100-Lösung gewaschen, nachgespült und luftgetrocknet, worauf man schliesslich durch nochmaliges Wägen den Prozentsatz der Siloxanzugabe feststellte. In der Tabelle I sind diese Daten zusammengestellt. Alle behandelten Proben zeigten einen guten Griff und Sprühtestwerte (AATCC spray ratings) von 70 bis 80.

Beispiel 2

Nylon- und PET-Proben aus Beispiel 1, welche einen 4,5-prozentigen Gewichtszuwachs aufgrund der erfindungsgemässen Behandlung aufwiesen, wurden bezüglich der Flammhemmwirkung gemäss dem Test DOC FF 5-74 untersucht. Obwohl das Schmelzabtropfverhalten dieser Pro-

ben im Vergleich zu den unbehandelten Textilmaterialien vermindert war, waren diese Proben selbstlöschend aufgrund einer Kombination des Schmelztropfverhaltens und des Anseugeverhaltens, und dementsprechend haben sie den Feuerhemmtest bestanden. Die behandelten Proben wurden mit einer Mischung aus gleichen Volumina Phenol und o-Dichlorbenzol extrahiert, welches die Fasern löste und einen vernetzten unlöslichen Polydiorganosiloxanrückstand zurückliess, welcher bei Temperaturen bis zu 350 °C nicht geschmolzen werden konnte.

Beispiel 3

Gewirkte Stoffe aus Nylon 6 und gewobene Stoffe aus PET wurden in einer automatischen Wäsche-Waschmaschine gewaschen, wobei 10 bis 50 g der 30prozentigen Siloxanemulsion aus Beispiel 1 automatisch während des Spülzyklus in die Waschmaschine eingebracht wurden. Die gewaschenen und behandelten Proben zeigten einen verbesserten Griff und waren nach dem Entflammbarkeitstest DOC 5-74 selbstlöschend.

Beispiel 4

Verschiedene Proben eines blaubedruckten feuerhemmenden gewobenen Stoffes aus PET, welcher wie in Beispiel 1 behandelt wurde, und einen ungefähren Gewichtszuwachs von 2,8 Gew.-% aufwies, wurden 10 Maschinen-Waschvorgängen gemäss dem Testverfahren AATCC 124-1973 unterworfen. Obwohl die Proben etwa 34% der Siloxanbeschichtung verloren, zeigte sich kein Verlust an Griff Eigenschaften und wasserabstossender Wirkung, sowie an den Selbstlösch Eigenschaften. Weitere Proben des behandelten PET-Stoffes wurden 10mal mit Perchloräthylen gespült, um die Trockenreinigungs-Widerstandsfähigkeit zu bestimmen. Die gespülten Proben verloren etwa 80% der Siloxanbeschichtung und dementsprechend gingen die Griffvorteile und die wasserabstossenden Eigenschaften verloren.

Beispiel 5

PET-Schussgarn wurde wie in Beispiel 1 mit Siloxan-Badkonzentrationen von 0,5 und 2,0% Siloxan behandelt, wodurch man einen Gewichtszuwachs von weniger als 0,1 Gew.-%, bzw. 4,5 Gew.-% erhielt. Selbst Proben des Schussgarnes, die weniger als 0,1 Gew.-% Gewichtszunahme aufweisen, zeigen im Vergleich zum Ausgangsprodukt einen verbesserten Griff und auch einen besseren Griff als Dacron[®]II-Schussgarn.

Die Entflammbarkeit der unbehandelten Schussgarne, der zwei behandelten Schussgarnproben und diejenige von Dacron[®]II-Schussgarn wurde in 2 Tagen bestimmt. Im Pfannen-Brenntest wurden 0,3 g Probe in einer Aluminiumschale von 5,6 cm Durchmesser und 2,0 cm Tiefe angeordnet, und die Probe wurde mit einer 1 Inch (2,54 cm) langen langsam gelb-brennenden Bunsenflamme während 3 Sekunden angezündet. Die Brennzeit der Probe nach der Entfernung des Brenners wurde festgehalten. Im vertikalen Brenntest wurden 0,3 g der Probe zu einem Pfropfen von 2,54 cm × 12,7 cm geformt und über einer Aluminiumschale aufgehängt, um die brennenden Teile der Probe zu sammeln, und die Probe wurde am Unterende mit einer 2,54 cm langen langsam brennenden gelben Bunsenflamme während 3 Sekunden angezündet. Die Brennzeit der Probe und der Fragmente, nachdem der Brenner entfernt worden war, wurde festgehalten. In Tabelle II sind die Daten zusammengefasst, welche zeigen, dass das Schussgarn, welches nach dem erfindungsgemässen Verfahren behandelt worden war, Entflammbarkeitscharakteristiken zeigt, welche sich wenig von denjenigen der unbehandelten Schussgarnfasern unterscheiden.

Tabelle I

Badkonzentration (Gew.-% Siloxan)	Gewichtszuwachs (Gew.-%, bezogen auf Fasergewicht)	
	Nylon 6	PET
0,5	3,5	1
2,5	4,5	2,5
5	6,5	4,5
10,5	13	7

Tabelle II

Probe	Brennzeit (Sekunden)		
	Pfannen-Brenntest	Vertikaler Brenntest	Brennzeit der Fragmente (Nachbrennzeit)
Unbehandeltes Schussgarn	15	3	7
Dacron II-Schussgarn	26	11	26
Schussgarn (weniger als 0,1 Gew.-% Gewichtszunahme)	3	7	7
Schussgarn (4,5 Gew.-% Gewichtszunahme)	8,5	8	8