

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 79101132.3

32 Anmeldetag: 12.04.79

51 Int. Cl.²: **D 06 M 13/02**

D 02 J 3/00, D 06 M 13/46
D 06 M 13/38, D 06 M 15/44
C 10 M 5/00, C 08 L 71/00
C 08 L 23/00

30 Priorität: 14.04.78 DE 2816196

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
31.10.79 Patentblatt 79 22

64 Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB IT

71 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Zentrale Patentabteilung Postfach 80 03 20
D-6230 Frankfurt/Main 80(DE)

72 Erfinder: **Kleber, Rolf, Dr.**
Spechtstrasse 15
D-6078 Neu-Isenburg(DE)

72 Erfinder: **Wagemann, Wolfgang, Dr.**
Gartenstrasse 25
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

54 **Mittel und Verfahren zum Nass-Paraffinieren von Garnen.**

57 Mittel zum Nassparaffinieren von Garnen bestehend aus

- a) 18-40 % Paraffin
- b) 2-8 % eines oder mehrerer quaternierter Alkylimidazole
- c) 1-7 % eines oder mehrerer Polyoxyalkylen-Aminoxide
- d) 2-9 % eines Ethylenoxid Propylenoxid-Blockpolymerisats
- e) 0-5 % eines Polyglykolethers
- f) 0-2 % eines Copolymeren aus Vinylpyrrolidon und Vinylacetat, wobei das Gewichtsverhältnis VP VAc von 3:7 bis 8:2 variieren kann und der an 100 Gew.-% fehlende Rest ist Wasser.

Verfahren zum Nassparaffinieren von Garnen.

EP 0 004 950 A1

Mittel und Verfahren zum Naß-Paraffinieren von Garnen

Um gefärbte oder ungefärbte Stapelfasergarne für das Stricken einsetzen zu können, ist es üblich, diese während eines Umspulprozesses mit einem festen Paraffinblock zu behandeln. Dabei wird auf die Faser eine bestimmte Menge festen

5 Paraffins aufgebracht und erhält den für den Weiterverarbeitungsprozeß nötigen niedrigen Reibungskoeffizienten, d.h. eine hohe Glätte. Es ist verständlich, daß dieser Vorgang des sogenannten Trockenparaffinierens in der Praxis nicht unproblematisch ist. Je nach Druck zwischen Faser und

10 Paraffinblock kann die Auflage an Trockenparaffin schwanken. Das feste Paraffin kann in nachfolgenden Erhitzungsprozessen (Bügeln, Fixieren) wegsublimieren und damit zum Ausblühen neigen. Das starre Trockenparaffin verleiht dem

15 Material zwar eine ausreichende Glätte für die Weiterverarbeitung, ein eigentlicher Weichmachungseffekt ist mit seiner Applikation jedoch nicht verbunden. Damit besteht für trockenparaffinierte Artikel die Notwendigkeit, in einer nachträglichen Arbeitsstufe diese Artikel durch Aufbringen eines zusätzlichen Weichmachers noch weichzumachen.

20

Damit stellt sich die Aufgabe Stapelfasergarnen eine für die Weiterverarbeitung nötige gleichmäßige niedrige Reibung, d.h. hohe Glätte in Verbindung mit zufriedenstellender Weichheit zu geben. Das Problem kann dadurch gelöst

25 werden, daß ein Mittel zur Naßparaffinierung von Garnen folgender Zusammensetzung eingesetzt wird:

Vorzugsweise wird ein Mittel folgender Zusammensetzung verwendet:

- 20 - 30 % Paraffin (Fp. 50 - 53° C)
- 5 3 - 6 % eines Imidazolins der Formel I, wobei R C₁₂-C₁₈-
Alkyl, R₁ C₁₆-C₂₂-Acyl, R₂ Wasserstoff,
X[⊖] Cl[⊖] oder CH₃COO[⊖] und n 2 oder 3 bedeutet;
- 2 - 6 % eines Aminoxids der Formel II, wobei R C₈-C₁₈-
Alkyl oder Alkenyl, R₁ und R₂ Methyl und n Null
bedeuten;
- 10 2 - 6 % eines Blockpolymerisats der Formel III, wobei
x eine Zahl von 25 - 40 und y eine Zahl von
100 - 900 ist mit einem Molgewicht >8000;
- 0 - 2 % eines Polyglykoläthers der Formel IV, wobei R
C₁₂-C₁₈-Alkyl und Alkenyl (Cocosalkyl) und n
15 n Zahlen von 4 - 8 bedeuten
- und der an 100 Gew.-% fehlende Rest ist Wasser.

Die Herstellung der Paraffindispersion erfolgt durch intensives Mischen aller Komponenten mit einem Homogenisator.

20 Man kann dabei jeweils nur eine der mit a) bis f) gekennzeichneten Komponenten verwenden, es ist aber ebenso möglich, Gemische dieser Einzelkomponenten a) - f) einzusetzen. Diese Paraffindispersionen, die beim Verdünnen mit Wasser lager- und scherstabile Feindispersionen bilden, können

25 anstelle von festem Trockenparaffin zum Paraffinieren von Stapelfasergarnen aus nativen und synthetischen Fasern eingesetzt werden. Sie können als pseudokationisch dispergierte Systeme bezeichnet werden und zeichnen sich durch hohe Substantivität beim Einsatz in langer Flotte aus. Der

30 pH-Wert der Paraffindispersionen liegt beim Einsatz vorteilhaft bei 3 - 6 und wird mit Säuren auf diesen Wert eingestellt.

Die Applikation der Paraffindispersionen erfolgt in üblichen Färbeapparaten, wie sie zum Färben von Textilgarnen verwendet werden. Gearbeitet wird dabei in Flottenverhältnissen von 1:5 bis 1:40 bei Temperaturen von 10 - 90°C. Vorteilhaft erfolgt die Applikation nach dem Färbeprozess,

in dem nach dem Spülen das Garn mit einer Dispersion der
 oben beschriebenen Art in verdünnter wässriger Form behan-
 delt, die 0,1 - 2 Gew.-%, vorzugsweise 0,3 - 1 Gew.-% der
 oben beschriebenen Komponenten a) bis f), bezogen auf das
 5 Garngewicht, enthält.

Die auf diese Weise paraffinierten Garne zeigen neben der
 gewünschten Glätte einen angenehmen weichen Griff, der die
 Applikation eines zusätzlichen Weichmachers überflüssig
 macht. Durch die in den Systemen eingebauten Dispergier-
 10 mittel kommt es zu keiner, das Stricken störenden elektro-
 statischen Aufladung. Die erfindungsgemäßen Paraffindis-
 persionen enthalten auch keine organischen Solventien,
 die für die Umwelt, besonders beim Arbeiten in offenen
 Apparaten, schädlich sein könnten. Sie enthalten als Gleit-
 15 komponente lediglich das wohlfeile Paraffin und benötigen
 für die Glättevermittlung und den Weichmachungseffekt keine
 zusätzlichen Komponenten, wie z.B. Fettsäureester, die im
 Vergleich zu Paraffin teuer sind. Die erfindungsgemäßen
 Paraffindispersionen zeigen eine hohe Substantivität, ver-
 20 bunden mit einer hohen Netzkraft, die die Applikation auch
 in kurzen Versuchszeiten und bei niedrigerer Temperatur ermög-
 licht.

Die Herstellung der in den folgenden Beispielen beschrie-
 25 benen Dispersionen erfolgte durch Vermischen der einzelnen
 Komponenten mit Hilfe eines Dispergators. Prozentangaben
 sind als Gewichtsprocente zu verstehen.

Beispiel 1

30 Paraffindispersion bestehend aus

- 25 % Paraffin (Fp. 50 - 53° C);
- 3 % eines Imidazolins der Formel I, wobei R ein
 Gemisch aus 45 % C₁₅ und 55 % C₁₇-Alkyl, R₁ ein
 Gemisch aus 45 % C₁₆ und 55 % C₁₈-Acyl R₂ Was-
 35 serstoff, n 2 und X⁻ CH₃CO₂⁻ bedeutet;
- 2 % Cocosalkyldimethylaminoxid
- 2 % eines Blockpolymers der Formel III mit x = 30
 und y = 160;

- 1,5 % eines Copolymers aus 30 % Vinylpyrrolidon und
70 % Vinylacetat ($K = 30 \pm 3$) und
3 % eines Alkylpolyglykoläther mit 50 Gew.-% Äthylen-
oxid und einem Alkylrest, bestehend aus 5 % C_{14} ,
5 30 % C_{16} und 65 % C_{18} -Alkyl
sowie Wasser ad 100 %.

Beispiel 2

Paraffindispersion bestehend aus

- 10 27 % Paraffin (Fp. 50 - 53° C);
24% des in Beispiel 1 verwendeten Imidazolins;
0,6 % eines Imidazolins der Formel I, wobei R ein
Gemisch aus 5 % C_{13} , 30 % C_{15} , 35 % C_{17} -Alkyl
und 30 % C_{17} -Alkenyl, R_1 und R_2 Wasserstoff,
15 n 2 und $x^- CH_3COO^-$ bedeutet;
2,5 % Cocosalkyldimethylaminoxid und
6 % eines Blockpolymer der Formel III mit $x = 35$,
und $y = 860$
sowie Wasser ad 100 %.

20

Beispiel 3

Paraffindispersion bestehend aus

- 20 % Paraffin (Fp. 52 - 54° C);
6 % eines Imidazolins der Formel I, wobei R ein
25 Gemisch aus 5 % C_{13} , 30 % C_{15} , 35 % C_{17} -Alkyl
und 30 % C_{17} -Alkenyl, R_1 ein Gemisch aus 5 %
 C_{14} , 30 % C_{16} , 35 % C_{18} -Acyl und 30 % C_{18} -Ace-
nyl, R_2 Wasserstoff, n 2 und x^- Acetat
bedeutet;
30 5 % eines Aminoxid der Formel II, wobei R ein
Gemisch aus 70 % C_{12} und 30 % C_{14} -Alkyl, R_1 und
 R_2 Methyl und n 0 bedeutet und
5 % eines EO-PyO-Blockpolymers der Formel III mit
 $x = 30$ und $y = 400$
35 sowie Wasser ad 100 %.

Beispiel 4

Paraffindispersion bestehend aus

- 30 % Paraffin (Fp. 53 - 55° C);
- 3 % des Imidazolins nach Beispiel 1;
- 1 % des Aminoxids nach Beispiel 1;
- 4 % des EO-PyO-Blockpolymers nach Beispiel 2;
- 5 1 % eines Copolymers aus Vinylpyrrolidon und Vinylacetat (VP/VAc-Verhältnis 60:40, K-Wert: 32 ± 4) sowie Wasser ad 100 %.

Beispiel 5

- 10 In einem Kreuzspulfärbeapparat wurden unter HT-Bedingungen Garne aus 100 %igem PES nach vorangegangener Dispersionsfärbung und Spülen bei 40°C 30 Minuten lang im Flottenverhältnis 1:10 bei pH 5,5 mit den in den Beispielen 1 - 4 beschriebenen Dispersionen in verdünnter Form behandelt.
- 15 Diese Dispersionen wurden soweit verdünnt, daß die Konzentration der Komponenten a) bis f) in der Flotte, bezogen auf das Garngewicht, 2 Gew.-% betrug. Nach dem Trocknen wies das PES-Material einen glatten weichen Griff auf,
- 20 wie er für trockenparaffinierte Garne nur unter Zusatz eines kationischen Weichmachers zu erzielen ist.

Die Glätte der naßparaffinierten Garne ist sehr hoch. Der Reibungskoeffizient, gemessen in der in der DT-OS 2.416.430 beschriebenen Meßanordnung, ergab bei den Meßgeschwindigkeiten 25 20 und 100 m/Minute folgende Werte:

	Mittel gemäß	μ-Werte
	Beispiel 1	0,195 - 0,200
	Beispiel 2	0,198 - 0,203
30	Beispiel 3	0,192 - 0,196
	Beispiel 4	0,197 - 0,202

Das Material ließ sich problemlos weiterverarbeiten und wies nach dem Wirken ein einheitliches homogenes Flächenbild auf. 35

An den Strickwaren wurden folgende Antistatikwerte in Meg-Ohm bei 22°C und 65 % r. F. gemessen:

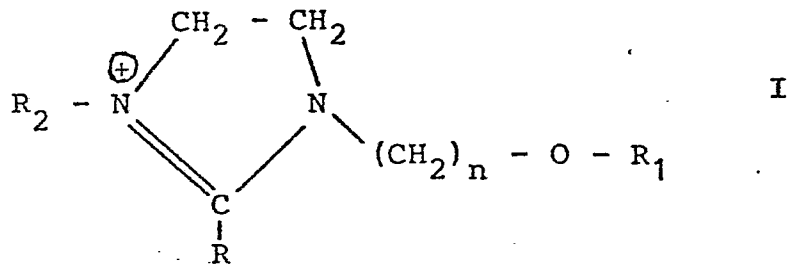
Mittel gemäß	Meg-Ohm
Beispiel 1	500
Beispiel 2	350
Beispiel 3	200
5 Beispiel 4	400

Ähnlich günstige Effekte werden erzielt, wenn anstelle von PES-Garnen, Wollgarne, Baumwollgarne oder PAC-Garne oder Mischungen eingesetzt werden.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Mittel zum Naßparaffinieren von Garnen bestehend aus
 a) 18 - 40 % Paraffin, Schmelzbereich 45 - 60° C;
 b) 2 - 8 % eines oder mehrerer Alkylimidazoline der
 Formel I

5



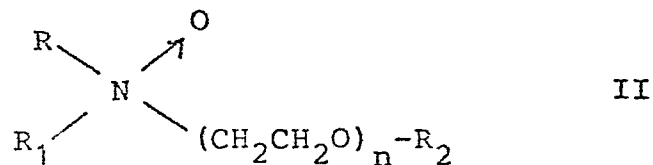
10

- wobei R C₁₂-C₂₂-Alkyl, Alkenyl oder Hydroxialkyl,
 R₁ H, C₁-C₂₂-aliphatisches oder aromatisches Acyl,
 R₂ H, C₁-C₄-Alkyl oder Hydroxialkyl, n Zahlen von 2 bis 6
 und X ein Halogen-, C₁-C₄-Alkylsulfat-, C₁-C₄-Dialkylphos-
 phat- oder C₁-C₄-Alkylcarboxylat-anion bedeuten;
 c) 1 - 7 % eines oder mehrerer Aminoxide der allgemeinen

15

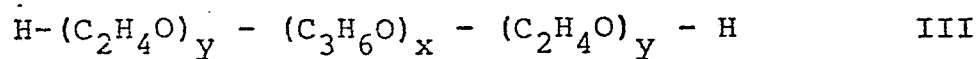
Formel II

20



25

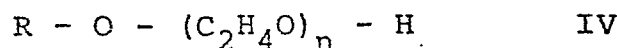
- wobei R C₈-C₁₂-Alkyl- oder Alkenyl, R₁ C₁-C₄-Alkyl,
 R₂ H oder C₁-C₄-Alkyl und n Zahlen von Null bis 6 bedeuten;
 d) 2 - 9 % eines Ethylenoxid/Propylenoxid-Blockpolymeri-
 sats der Formel III



30

wobei x Zahlen von 20 - 40 und y Zahlen von 25 - 1000 sein
 können;

- e) 0 - 5 % eines Polyglykoethers der Formel IV



wobei R C₈-C₁₈ Alkyl- oder Alkenyl und n Zahlen von 3 - 12
 sind sowie

35

- f) 0 - 2 % eines Copolymeren aus Vinylpyrrolidon und
 Vinylacetat, wobei das Gewichtsverhältnis VP/VAc von 3:7
 bis 8:2 variieren kann und der an 100 Gew.-% fehlende Rest
 ist Wasser.

2. Mittel nach Anspruch 1 bestehend aus
- 20 - 30 % Paraffin (Fp. 50 - 53° C)
- 3 - 6 % eines Imidazolins der Formel I, wobei R_1 C_{12} - C_{18} -
Alkyl, R_2 C_{16} - C_{22} -Acyl R_3 Wasserstoff,
5 X^\ominus Cl^\ominus oder CH_3COO^\ominus und n 2 oder 3 bedeutet;
- 2 - 6 % eines Aminoxids der Formel II, wobei R C_8 - C_{18} -
Alkyl oder Alkenyl, R_1 und R_2 Methyl und n Null
bedeuten;
- 2 - 6 % eines Blockpolymerisats der Formel III, wobei
10 x eine Zahl von 25 - 40 und y eine Zahl von
100 - 900 ist mit einem Molgewicht > 8000 ;
- 0 - 2 % eines Polyglykoläthers der Formel IV, wobei R
 C_{12} - C_{18} -Alkyl und Alkenyl (Cocosalkyl) und n
Zahlen von 4 - 18 bedeuten
15 und der an 100 Gew.-% fehlende Rest ist Wasser.
3. Verfahren zum Naßparaffinieren von nativen und synthe-
tischen Garnen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Garne
im Ausziehverfahren bei pH 3 bis 6 im Flottenverhältnis
20 1:5 bis 1:40 bei 10-90°C mit einem Mittel nach Anspruch 1
oder 2 behandelt.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0004950

Nummer der Anmeldung

EP 79 10 1132

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.?)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
A	<p><u>GB - A - 992 458 (WARWICK)</u></p> <p>* Patentansprüche; Seite 1, Zeile 74 bis Seite 3, Zeile 35 und Zeile 125 bis Seite 6, Zeile 25 *</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1	<p>D 06 M 13/02</p> <p>D 02 J 3/00</p> <p>D 06 M 13/46</p> <p>D 06 M 13/38</p> <p>D 06 M 15/44</p> <p>C 10 M 5/00</p> <p>C 08 L 71/00</p> <p>C 08 L 23/00</p>
			<p>RECHERCHIERTER SACHGEBIETE (Int. Cl.?)</p>
			<p>D 06 M 13/02</p> <p>D 06 M 13/18</p> <p>D 06 M 13/38</p> <p>D 06 M 16/00</p> <p>D 06 M 13/46</p> <p>C 10 M 5/00</p>
			<p>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</p>
			<p>X: von besonderer Bedeutung</p> <p>A: technologischer Hintergrund</p> <p>O: nichtschriftliche Offenbarung</p> <p>P. Zwischenliteratur</p> <p>T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</p> <p>E: kollidierende Anmeldung</p> <p>D: in der Anmeldung angeführtes Dokument</p> <p>L: aus andern Gründen angeführtes Dokument</p> <p>&: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>
<input checked="" type="checkbox"/>	Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.		
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	20-07-1979	HELLEMANS	