



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 017 190  
A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 80101673.4

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: D 06 L 1/14

(22) Anmeldetag: 28.03.80

(30) Priorität: 02.04.79 DE 2913177

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

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
15.10.80 Patentblatt 80/21

(72) Erfinder: Adrian, Klaus  
Rauenthaler Weg 18  
D-6000 Frankfurt am Main 71(DE)

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT CH DE FR GB IT

(72) Erfinder: Rösch, Günter  
Hohlweg 17  
D-6232 Bad Soden am Taunus(DE)

(54) Oxidatives Entschlichtungsmittel und Verfahren zum oxidativen Entschlichen.

(57) Neues oxidatives Entschlichtungsmittel, bestehend aus  
10 - 80, vorzugsweise 50 - 80 Gew.% eines Tensids und 20 -  
90, vorzugsweise 20 - 50 Gew.% Kaliumpersulfat. Gegebe-  
nenfalls kann dieses Entschlichtungsmittel weiterhin noch 5 -  
25 Gew.% eines Lösungsvermittlers enthalten bei gleichzeiti-  
ger Reduzierung der Anteile von Tensid und Persulfat.

EP 0 017 190 A1

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT HOE 79/F 083

Dr.OT/Pa

Oxidatives Entschlichtungsmittel und Verfahren zum  
oxidativen Entschlichen

---

- Es ist bekannt, Persulfate zur oxidativen Entschlichtung von Geweben aus Cellulosefasern und deren Mischungen mit Synthesefasern zu verwenden, da Persulfat Stärken wie z.B. Kartoffelstärke, Reis-, Maisstärke und Tapioca, die
- 5       zur Beschlichtung von Geweben verwendet werden, in Gegenwart von Alkali hervorragend abbaut . Als Nachteil der Entschlichtung mit Persulfaten ist zu werten, daß leicht eine Schädigung der cellulosischen Fasern eintreten kann, die sich in einem starken Abfall des DP-Grades ausdrückt.
- 10      Eine solche Faserschädigung tritt vor allem dann auf, wenn in der Behandlungsflotte nicht ausreichend Alkali vorhanden ist und wenn mit der zu einer restlosen Entschlichtung erforderlichen Menge von 3 - 5 g/l des Persulfates gearbeitet wird.
- 15      Es wurde nun gefunden, daß es durch eine geeignete Persulfat-Tensid-Kombination möglich ist, den gleichen Entschlichtungseffekt mit einer wesentlich niedrigeren Persulfatkonzentration zu erreichen. Durch diese Reduzierung der Konzentration des oxidativ wirkenden Entschlichtungsmittels ist es
- 20      möglich, den Faserabbau wesentlich zu vermindern.
- Gegenstand der Erfindung ist ein neues oxidatives Entschlichtungsmittel, bestehend aus 10-80, vorzugsweise
- 25      50-80 Gew.% eines Tensids und 20-90, vorzugsweise 20-50 Gew.% Kaliumpersulfat. Gegebenenfalls kann dieses Entschlichtungsmittel weiterhin noch 5-25 Gew.% eines Lösungsvermittlers enthalten bei gleichzeitiger Reduzierung der Anteile von Tensid und Persulfat.
- 30      Als Tenside kommen anionische und nichtionische Tenside infrage, hauptsächlich aus folgenden Verbindungsklassen:

- Alkansulfonate mit 8-20 C-Atomen, insbesondere sek. Alkan-sulfonate,  $C_8 - C_{20}$ -Alkylbenzolsulfonate,  $C_8 - C_{20}$ -Olefin-sulfonate,  $C_{10} - C_{18}$ -Fettalkoholsulfonate, Polyäthylen-glykole mit 6 - 20 Einheiten Äthylenoxid,  $C_{10} - C_{18}$ -Fett-
- 5 alkohol-oxäthylate mit 6 - 24 Einheiten Äthylenoxid,  $C_4 - C_{12}$ -Alkylphenol-oxäthylate mit 6 - 20 Einheiten Äthylenoxid. Besonders bevorzugt sind die sek. Alkan-sulfonate, Fettalkoholoxäthylate und Alkylphenoloxäthylate.
- 10 Diese Tenside können in dem erfindungsgemäßen Entschlich-tungsmittel allein oder in Kombination miteinander vor-liegen. Bevorzugt sind Mischungen im Verhältnis 1:9 bis 9:1 aus einem anionischen und einem nichtionischen Tensid, so insbesondere Mischungen von sek. Alkansulfonat mit Fettalkoholoxäthylaten und/oder Alkylphenoloxäthylaten.
- 15 Diese Tenside sind in dem erfindungsgemäßen Entschlichtungs-mittel in der oben angegebenen Menge enthalten, wobei der an 100 % fehlende Rest Kaliumpersulfat ist. Es kann von Vor-teil sein, zusätzlich noch einen Lösungsvermittler mit-zuverwenden, wie beispielsweise iso-Propanol, Glykolsäure-butylester, Cyclohexanol oder Butyldiglykol. Die Mitver-wendung solcher Lösungsvermittler empfiehlt sich besonders, wenn das Entschlichtungsmittel hohe Konzentrationen an anionischem Tensid enthält. Die Lösungsvermittler können 20 25 5 - 25 Gew. % des Entschlichtungsmittels ausmachen bei ent-sprechender Reduzierung der oben angegebenen Grenzwerte für die Tenside und das Kaliumpersulfat.
- Diese Tensid-Persulfat-Mischung ist zur oxidativen Ent-30 schlichtung von Geweben, die Cellulosefasern alleine oder in Mischung mit Synthesefasern enthalten, geeignet. Man imprägniert das Gewebe mit einer wässrigen Lösung dieses Entschlichtungsmittels bei gleichzeitigem Zusatz von Alkali, vorzugsweise Natronlauge. Das so imprägnierte 35 Material wird durch Abquetschen auf einen Feuchtigkeits-gehalt von ca. 100 % gebracht und nachfolgend bei 20-160°C über einen Zeitraum zwischen 30 Sekunden und 24 Stunden behandelt. Die Länge der Behandlungszeit richtet sich nach

- der jeweiligen verfahrensspezifischen Temperatur und Art des Verweilaggregates. Der Gehalt des oben beschriebenen Entschichtungsmittels in der wässrigen Flotte beträgt 2 bis 20, vorzugsweise 3-8 g/l. Die Menge an zuzugebendem
- 5 Alkali wird wie üblich so gewählt, daß der pH-Wert der Flotte immer über 10 liegt. Hierzu sind im allgemeinen 1 bis 100 g, vorzugsweise 3 - 40 g/l an festem Natriumhydroxid erforderlich.
- 10 Nach der Behandlung wird das Gewebe zweckmäßig mit heißem Wasser von ca. 85 - 95°C während 10 - 60 Sekunden ausgewaschen und nachfolgend kalt gespült. Dem Waschwasser wird zur Erhöhung des Auswaschgrades noch zweckmäßigerweise Alkali und Waschmittel zugesetzt.
- 15 Dieses Entschichtungsverfahren kann man auch mit einem üblichen Bleichverfahren kombinieren. In diesem Fall wird das Gewebe mit einer wässrigen Flotte imprägniert, die neben dem Entschichtungsmittel und Alkali in der oben
- 20 angegebenen Menge und Zusammensetzung noch 30 bis 60 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (35 %ig) in einem Liter Flotte sowie Natriumsilikat als Stabilisator enthält. Das imprägnierte Gewebe wird wiederum auf ca. 100 % abgequetscht und 6 bis 24 Stunden bei Raumtemperatur gelagert. Dann wird das Gewebe ausgewaschen, wobei dem Waschwasser zur Verbesserung des
- 25 Schlichteabbaus Alkali und Waschmittel zugesetzt wird.
- Die mit der oben beschriebenen Kombination aus Tensiden und Persulfat behandelte Ware zeigt eine deutlich bessere
- 30 Aufschließung der Baumwollsamenschalen, so daß die Ware bei einer anschließenden Bleichbehandlung in wesentlich kürzerer Zeit ausgebleicht werden kann.
- Außerdem läßt sich bei Verwendung dieser Kombination die zur Entschichtung erforderliche Menge an Persulfat
- 35 auf ca. 25 % der Menge an Persulfat senken, die beim Entschichten allein mit Persulfat nötig wäre. Durch diese

- Reduzierung der Persulfatmenge erreicht man eine weitgehende Verminderung der Faserschädigung. Um diese Vorteile zu erreichen, ist es ausschlaggebend, daß gemäß dieser Erfindung das Persulfat und das Tensid nicht separat in die
- 5 Imprägnierflotte gegeben werden, sondern daß zunächst die Mischung aus Persulfat und Tensid hergestellt und diese Mischung dann in die Flotte gegeben wird.
- Die nachfolgenden Beispiele sollen das erfindungsgemäße
- 10 Verfahren erläutern, aber nicht einschränken. Die Prozentangaben sind Gewichtsprozente.

- 5 -

Beispiel 1

Baumwollkörper, der mit Stärke geschlichtet ist, wird mit einer wässrigen Lösung folgender Zusammensetzung imprägniert:

5	6	% Natriumhydroxid
	0,5	% Persulfat-Tensid-Kombination
		folgender Zusammensetzung:
	16	% Nonylphenolpolyglykolether mit 6-14 Mol AeO
	38	% sekundäres C <sub>13</sub> -C <sub>18</sub> -Alkansulfonat (93 %ig)
10	25	% Kaliumpersulfat
	21	% Glykolsäure-n-butylester

Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtigkeit abgequetscht und auf einem Dämpfer bei 103 - 105°C mit 15 Dampf behandelt. Anschließend wird die Ware mit heißem Wasser alkalifrei gewaschen.

Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 62,5 % auf. Der Entschlichtungsgrad, gemessen nach Violettskala 20 TEGEWA ist 8 - 9. Der DP-Wert des behandelten Materials 2400.

Vergleichsweise wurde der gleiche Baumwollkörper 25 folgender wässriger Lösung imprägniert, die unmittelbar im Foulardchassis bereitet wurde:

6	% Natriumhydroxid
0,5	% Alkali-Persulfat
0,5	% Netzmittel

30 Anschließend wird das Material wie im Beispiel 1 behandelt.

Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 61,0 % auf. Der Entschlichtungsgrad gemessen nach Violettskala TEGEWA 35 ist lediglich 6. Der DP-Wert des behandelten Materials 2150.

Man erkennt, daß der Entschlichtungseffekt und der DP-Grad mit der erfindungsgemäßen Kombination wesentlich höher ist.

Beispiel 2

Baumwollkörper wie im Beispiel 1 wird mit einer wässrigen Lösung folgender Zusammensetzung imprägniert:

5

3 % Natriumhydroxid  
0,5 % Persulfat-Tensid-Kombination  
folgender Zusammensetzung:  
10 % Nonylphenol polyglykolether mit 6-14 Mol AeO  
10 40 % sekundäres C<sub>13</sub>-C<sub>18</sub>-Alkansulfonat (93 %ig)  
25 % Kaliumpersulfat  
25 % Glykolsäure-n-butylester

Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtigkeit abgequetscht, aufgewickelt und verweilt in luftfreier Dampfatmosphäre mit 100 % relativer Feuchtigkeit bei 95°C 1 Stunde. Anschließend wird das Material wie im Beispiel 1 behandelt. Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 63,0 % auf. Der Entschlichtungsgrad gemessen nach 20 Violettskala TEGEWA ist 8. Der DP-Wert des behandelten Materials ist 2350.

Auch hierbei wurde vergleichsweise mit einer hergestellten Lösung folgender Zusammensetzung imprägniert:

25

3 % Natriumhydroxid  
0,5 % Alkali-Persulfat  
0,5 % Netzmittel

Anschließend wird das Material wie im Beispiel 1 behandelt. 30 Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 64,0 % auf. Der Entschlichtungsgrad gemessen nach Violettskala TEGEWA ist lediglich 5. Der DP-Wert des behandelten Materials fiel auf 2050.

35

Beispiel 3

Baumwollkörper wie im Beispiel 1 wird mit einer Lösung folgender Zusammensetzung imprägniert:

4 % Wasserstoffperoxid 35 %ig  
2 % Natriumsilikat 36 - 38° Bé  
1 % Natriumhydroxid  
0,5 % Persulfat-Tensid-Kombination  
5 folgender Zusammensetzung:  
26 % Nonylphenolpolyglykolether mit 6-14 Mol AeO  
28 % sekundäres C<sub>13</sub>-C<sub>18</sub>-Alkansulfonat (93 %ig)  
30 % Kaliumpersulfat  
16 % Glykolsäure-n-butylester

10

Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtigkeit abgequetscht, auf eine Kaule gewickelt und mit Plastikfolie umhüllt, um ein Antrocknen zu vermeiden. Die Kaule wird 16 - 20 Stunden bei Raumtemperatur verweilen lassen.

15

Anschließend wird das Material wie im Beispiel 1 beschrieben ausgewaschen. Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 86 % auf.

20 Der Entschlichtungsgrad gemessen nach Violettskala TEGEWA ist 8 - 9.

Der DP-Wert des behandelten Materials 2550.

25 Vergleichsweise wurde das gleiche Material mit folgender, separat herstellter Lösung behandelt:

30 40 % Wasserstoffperoxid 35 %ig  
2 % Natriumsilikat 36 - 38° Bé  
1 % Natriumhydroxid  
0,5% Alkali-Persulfat  
0,5% Netzmittel

35 Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtigkeit abgequetscht, auf eine Kaule gewickelt und mit Plastikfolie umhüllt, um ein Antrocknen zu vermeiden. Die Kaule wird 16 - 20 Stunden bei Raumtemperatur verweilen lassen. Anschließend wird das Material wie im Beispiel 1 behandelt.

Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 85,5 % auf.

Der Entschlichtungsgrad gemessen nach Violettskala TEGEWA ist 6.

- 5 Der DP-Wert des behandelten Materials: 2250.

In der gleichen Weise wie in den Beispielen 1 bis 3 beschrieben, kann die Entschlichtung auch mit folgenden Mischungen durchgeführt werden:

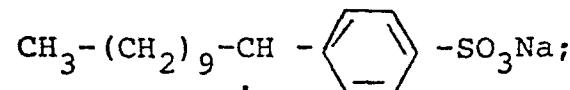
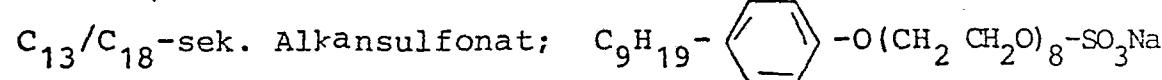
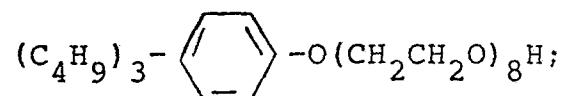
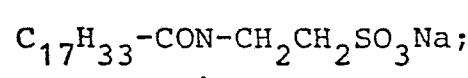
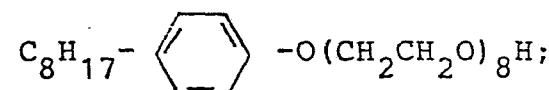
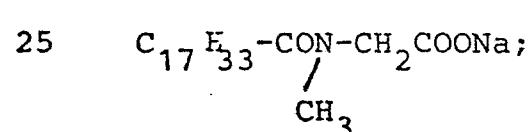
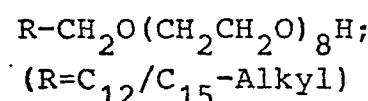
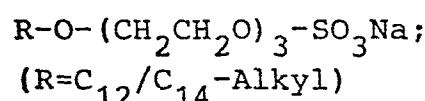
10

A 70 % nichtionisches Tensid,  
25 % Kaliumpersulfat  
5 % Lösevermittler

15

B 60 % anionisches Tensid,  
25 % Kaliumpersulfat  
15 % Lösevermittler

- 20 | In diesen Mischungen wurden nachfolgende Verbindungen  
| als Tenside eingesetzt:



PATENTANSPRÜCHE:

1. Oxidatives Entschichtungsmittel bestehend aus 10 bis 80 Gew. % eines Tensids und 20 bis 90 Gew.% Kaliumpersulfat.
- 5 2. Entschichtungsmittel nach Anspruch 1, bestehend aus 50 bis 80 Gew. % eines Tensids und 20 bis 50 Gew.% Kaliumpersulfat.
- 10 3. Entschichtungsmittel nach Anspruch 1, enthaltend 5 bis 25 Gew. % eines Lösungsvermittlers.
- 15 4. Verfahren zum oxidativen Entschlichen, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gewebe mit einer alkalischen Flotte behandelt, die ein Entschichtungsmittel gemäß Anspruch 1 enthält.
- 20 5. Verfahren zum gleichzeitigen Bleichen und Entschlichen, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gewebe mit einer alkalischen Flotte behandelt, die Wasserstoffperoxid und ein Entschichtungsmittel nach Anspruch 1 enthält.

## Patentansprüche für Österreich:

1. Verfahren zum oxidativen Entschlichen, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gewebe mit einer alkalischen Flotte behandelt, die ein Entschlichtungsmittel enthält bestehend aus 10 bis 80 Gew. % eines Tensids und 20 bis 90 Gew. % Kaliumpersulfat.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einem Entschlichtungsmittel behandelt, das aus 50 bis 80 Gew. % eines Tensids und 20 bis 50 Gew. % Kaliumpersulfat besteht.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einem Entschlichtungsmittel behandelt, das 5 bis 25 Gew. % eines Lösungsvermittlers enthält.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bei gleichzeitigem Bleichen, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gewebe mit einer alkalischen Flotte behandelt, die zusätzlich Wasserstoffperoxid enthält.

0017190



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 80 10 1673

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>US - A - 3 740 188</u> (L.A. SITVER et al.) * Spalte 2, Zeile 60 - Spalte 3, Zeile 10; Patentansprüche *	1-5	D 06 L 1/14
	---		
A	<u>DE - A - 1 469 325</u> (DEGUSSA) * Beispiele 2,4; Patentansprüche *	1	
	---		
A	<u>DE - C - 695 120</u> (F. BOHAC) * Beispiele; Patentansprüche *	1	RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int. Cl. 3)
	---		
A	<u>US - A - 3 619 111</u> (M.H. ROWE) * Patentansprüche *	1	D 06 L 1/14
	---		
A	<u>FR - A - 1 461 989</u> (UGINE) * Beispiel 2; Zusammenfassung *	1	
	-----		
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung
			A: technologischer Hintergrund
			O: nichtschriftliche Offenbarung
			P: Zwischenliteratur
			T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze
			E: kolidierende Anmeldung
			D: in der Anmeldung angeführtes Dokument
			L: aus andern Gründen angeführtes Dokument
			&: Mitglied der gleichen Patentfamilie, überinstimmendes Dokument
 Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prufer	
Den Haag	08-07-1980	GOLLER	