

①⑫ **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
22.12.82

⑤① Int. Cl.³: **C 10 M 1/08, D 06 M 13/46,**
D 06 M 13/38, D 06 M 13/34

②① Anmeldenummer: **80103725.0**

②② Anmeldetag: **01.07.80**

⑤④ **Mittel und Verfahren zum Flüssigparaffinieren von Garnen.**

③① Priorität: **04.07.79 DE 2927027**

⑦③ Patentinhaber: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT,**
Postfach 80 03 20, D-6230 Frankfurt/Main 80 (DE)

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
14.01.81 Patentblatt 81/2

⑦② Erfinder: **Kleber, Rolf, Dr., Am Trieb 41,**
D-6078 Neu-Isenburg (DE)
Erfinder: **Jaeckel, Lothar, Ketteler Strasse 88,**
D-6093 Flörsheim am Main (DE)

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
22.12.82 Patentblatt 82/51

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB IT

⑤⑤ Entgegenhaltungen:
DE-B-1 239 057
FR-A-2 230 790
FR-A-2 322 963

EP 0 022 239 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

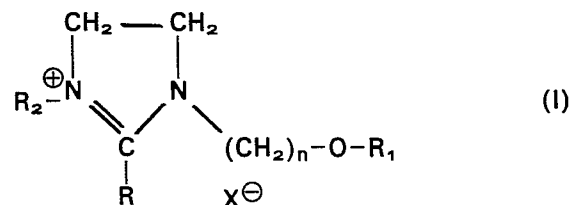
Mittel zum Flüssigparaffinieren von Garnen

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

Weiterhin ist aus der DE-AS Nr. 1239057 die Präparation von Fasern mit wässrigen Wachsemlusionen bekannt. In der FR-A Nr. 2322963 ist die Verwendung von mit Fettsäuren veresterten Hydroxyalkylimidazolen als Wäscheweichspülmittel beschrieben. Die Verwendung von Aminoxyden als Antistatistikmittel für Fasern ist aus der FR-A Nr. 2230790 bekannt.

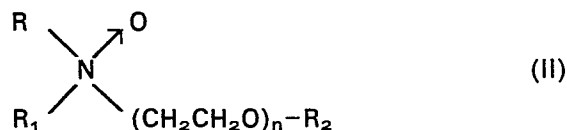
Es stellt sich somit die Aufgabe, Stapelfasergarne eine für die Weiterverarbeitung nötige gleichmässige niedrige Reibung, d.h. hohe Glätte in Verbindung mit zufriedenstellender Weichheit zu geben. Die Aufgabe wird dadurch gelöst, dass ein Mittel zur Flüssigparaffinierung von Garnen folgender Zusammensetzung eingesetzt wird:

- a) 5-20% Paraffin, Schmelzbereich 45-60° C;
b) 2-10% eines oder mehrerer Alkylimidazoline der Formel



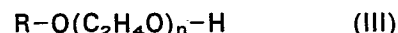
wobei

- R C₁₂-C₂₂-Alkyl, Alkenyl oder Hydroxyalkyl,
R₁ Wasserstoff oder C₁-C₂₂-gesättigtes oder ungesättigtes aliphatisches oder aromatisches Acyl,
R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder Hydroxyalkyl,
n Zahlen von 2-6, und
X ein Halogen-, C₁-C₄-Alkylsulfat-, C₁-C₄-Dialkylphosphat- oder ein C₁-C₄-Alkylcarboxylatanion bedeuten;
c) 1-5% eines oder mehrerer Aminoxyde der allgemeinen Formel



wobei

- R C₈-C₁₈-Alkyl oder Alkenyl,
R₁ C₁-C₄-Alkyl,
R₂ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl, und
n Zahlen von 0 bis 6 bedeuten;
d) 5-20% eines oder mehrerer Polyglykoläther der Formel



wobei:

- R C₈-C₁₈-Alkyl oder Alkenyl und
n Zahlen von 3 bis 12 bedeuten, und
e) der an 100 Gew.% fehlende Rest ist Wasser.
Vorzugsweise wird ein Mittel folgender Zusammensetzung verwendet:

- 8-12% Paraffin (Fp. 50-53° C),
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 bedeuten,

- 3-5% eines Aminoxyds der Formel II, wobei
R C₈-C₁₂-Alkyl oder Alkenyl,
R₁ und R₂ Methyl, und
n 0 bedeuten,

- 6-10% eines Polyglykoläthers der Formel III, wobei
R kokosalkyl (C₁₂-C₁₈-Alkyl und Alkenyl),
n Zahlen von 4 bis 8 bedeuten,
und der an 100 Gew.% fehlende Rest ist Wasser.

Die Herstellung der Paraffindispersion erfolgt durch intensives Mischen aller Komponenten bei Temperaturen von über 70-80° C, wobei als besonderer Vorteil hervorzuheben ist, dass man keinen Homogenisator benötigt.

Die klaren Dispersionen sind stabil und können mit kaltem Wasser auf die gewünschte Endkonzentration in einer wässrigen Flotte verdünnt werden. Diese Paraffindispersionen, die beim Verdünnen mit Wasser lager- und scherstabile Feindispersionen bilden, können 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 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, indem man nach dem Spülen das Garn mit einer Dispersion der oben beschriebenen Art in verdünnter wässriger Form behandelt, die 0,1-2 Gew.%, vorzugsweise 0,3-1 Gew.% des Mittels der oben beschriebenen Zusammensetzung, bezogen auf das 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 Dispergiermittel kommt es zu keiner, das Stricken störenden elektrostatischen Aufladung. Die erfindungsgemässen Paraffindispersionen enthalten auch keine organischen Solventien, die für die Umwelt, besonders beim Arbeiten in offenen Apparaten, schädlich sein könnten. Sie enthalten als Gleitkomponente 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, verbunden mit einer hohen Netzkraft, die die Applikation auch in kurzen Versuchszeiten und bei niedriger Temperatur ermöglicht.

Die erfindungsgemässen Dispersionen verleihen Garnen einen hohen Antistatikeffekt, verbunden mit hoher Glätte.

Die Herstellung der in den folgenden Beispielen beschriebenen Dispersionen erfolgt durch einfaches Vermischen der einzelnen Komponenten. Prozentangaben sind als Gew.% zu verstehen. EO bedeutet Ethylenoxid.

Beispiel 1

Paraffindispersion bestehend aus

15 Teile Paraffin (Fp. 50-53° C),

5 Teile 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 Wasserstoff,

n 2

X⁻ CH₃CO₂⁻ bedeutet,

4 Teile kokosalkyldimethylaminoxid,

10 Teile kokosfettalkohol × 5 EO

100 Teile elektrolytfreies Wasser (E-Wasser).

pH-Wert: ca. 4.

Beispiel 2

Paraffindispersion bestehend aus

17 Teile Paraffin (Fp. 50-53° C),

7 Teile des Imidazolins nach Beispiel 1,

4 Teile Oleyldiethylaminoxid,

8 Teile Oleylalkohol × 7 EO,

100 Teile E-Wasser.

pH-Wert: ca. 4,2.

Beispiel 3

Paraffindispersion bestehend aus

13 Teile Paraffin (Fp. 52-54° C),

6 Teile eines Imidazolins der Formel I, wobei
R ein Gemisch aus 5% C₁₃-, 30% C₁₅-, 35% C₁₇-Alkyl und 30% C₁₇-Alkenyl,

R₁ ein Gemisch aus 5% C₁₄-, 30% C₁₆-, 35% C₁₈-Acyl und 30% C₁₈-Acenyl,

R₂ Wasserstoff,

n 2, und

X⁻ Acetat⁻ bedeutet,

3 Teile eines Aminoxids der Formel II, wobei
R ein Gemisch aus 70% C₁₂- und 30% C₁₄-Alkyl,

R₁ und R₂ Methyl, und

n 0 bedeutet und

6 Teile kokosfettalkohol × 6 EO,

6 Teile Oleylalkohol × 5 EO,

100 Teile E-Wasser.

pH-Wert: 4,5.

Beispiel 4

Paraffindispersion bestehend aus

14 Teile Paraffin (Fp. 52-54° C),

2,4 Teile des in Beispiel 1 verwendeten Imidazolins,

0,6 Teile eines Imidazolins der Formel I, wobei

R ein Gemisch aus 5% C₁₃-, 30% C₁₅-, 35% C₁₇-Alkyl und 30% C₁₇-Alkenyl,

R₁ und R₂ Wasserstoff,

n 2, und

X⁻ CH₃COO⁻ bedeutet,

6 Teile kokosalkyldimethylaminoxid, und

10 Teile C₁₂/C₁₄-Alkohol × 10 EO,

100 Teile E-Wasser.

pH-Wert: 4,1.

Beispiel 5

In einem Kreuzspulfärbeapparat wurden unter Kochtemperaturbedingungen Garne aus 100%igem Polyester (PES) nach vorangegangener Dispersionsfärbung und Spülen bei 40° C 30 min lang im Flottenverhältnis 1:10 bei pH 5,5 mit den in den Beispielen 1-4 beschriebenen Dispersionen in verdünnter Form behandelt. Diese Dispersionen wurden soweit verdünnt, dass die Konzentration der Komponenten a) bis d) in der Flotte, bezogen auf das Garngewicht, 2 Gew.% betrug. Nach dem Trocknen wies das PES-Material einen glatten weichen Griff auf, 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 DE-A Nr. 2416430 beschriebenen Messanordnung, ergab bei den Messgeschwindigkeiten 20 und 100 m/min folgende Werte:

Mittel gemäss	μ-Werte
Beispiel 1	0,183-0,193
Beispiel 2	0,190-0,201
Beispiel 3	0,181-0,190
Beispiel 4	0,193-0,203

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

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

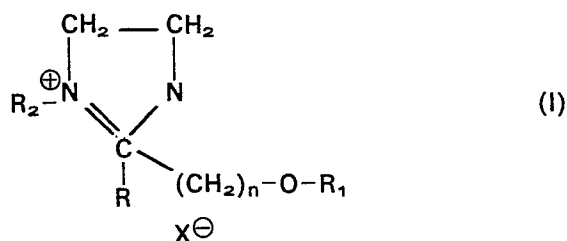
Mittel gemäss	MΩ
Beispiel 1	40
Beispiel 2	30
Beispiel 3	30
Beispiel 4	25

Ähnlich günstige Effekte werden erzielt, wenn
anstelle von PES-Garnen, Wollgarne, Baumwoll-
garne oder Polyacrylnitrilgarne oder Mischungen
eingesetzt werden.

Patentansprüche

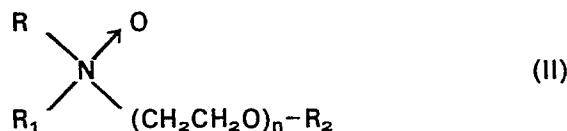
Mittel zum Flüssigparaffinieren von Garnen auf
der Basis von Paraffin, dadurch gekennzeichnet,
dass das Mittel besteht aus

- 5-20% Paraffin, Schmelzbereich 45-60° C;
- 2-10% eines oder mehrerer Alkylimidazoline
der Formel



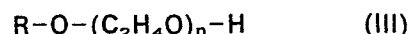
wobei

- R C₁₂-C₂₂-Alkyl, Alkenyl oder Hydroxyalkyl,
R₁ Wasserstoff oder C₁-C₂₂-gesättigtes oder
ungesättigtes aliphatisches oder aromati-
sches Acyl,
R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder Hydroxyalkyl,
n Zahlen von 2 bis 6, und
X ein Halogen-, C₁-C₄-Alkylsulfat-, C₁-C₄-
Dialkylphosphat- oder ein C₁-C₄-Alkylcar-
boxylatanion bedeuten;
c) 1-5% eines oder mehrerer Aminoxyde der all-
gemeinen Formel



wobei

- R C₈-C₁₈-Alkyl oder Alkenyl,
R₁ C₁-C₄-Alkyl,
R₂ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl,
n Zahlen von 0 bis 6 bedeuten;
d) 5-20% eines oder mehrerer Polyglykoläther
der Formel



wobei

- R C₈-C₁₈-Alkyl oder Alkenyl, und
n Zahlen von 3 bis 12 bedeuten, und
e) der an 100 Gew.% fehlende Rest ist Wasser.

2. Mittel nach Anspruch 1 bestehend aus
8-12% Paraffin (Fp. 50-54° C)

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;

3-5% eines Aminoxyds der Formel II, wobei

- R C₈-C₁₂-Alkyl oder Alkenyl,
R₁ und R₂ Methyl, und
n 0 bedeuten;

6-10% eines Polyglykoläthers der Formel III, wo-
bei

- R C₁₂-C₁₈-Alkyl und Alkenyl (kokosalkyl), und
n Zahlen von 4 bis 8 bedeuten;

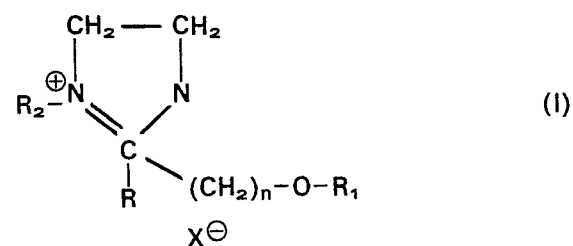
und dem an 100 Gew.% fehlenden Rest ist Wasser.

3. Verfahren zum Flüssigparaffinieren von nati-
ven und synthetischen Garnen, dadurch gekenn-
zeichnet, dass man die Garne im Ausziehverfahren
bei pH 3 bis 6 im Flottenverhältnis 1 : 5 bis 1 : 40 bei
10-90° C mit einem Mittel nach einem der beiden
Ansprüche 1 oder 2 behandelt.

Revendications

1. Agent à base de paraffine pour le paraffinage
par voie humide de fils, caractérisé en ce que cet
agent consiste en:

- 5 à 20% de paraffine, dont la plage de fusion est
de 45 à 60° C,
- 2 à 10% d'une ou plusieurs alkyimidazolines
de formule:



dans laquelle:

- R est un groupe alkyle en C₁₂-C₂₂, alcényle ou
hydroxyalkyle,
R₁ est un atome d'hydrogène ou un groupe acyle
aliphatique ou aromatique en C₁-C₂₂, saturé
ou insaturé,
R₂ est un atome d'hydrogène, un groupe alkyle
en C₁-C₄ ou hydroxyalkyle,
n désigne des nombres de 2 à 6, et
X est un anion halogène, alkylsulfate en C₁-C₄,
dialkylphosphate en C₁-C₄, ou est un anion
alkylcarboxylate en C₁-C₄,
c) 1 à 5% d'un ou plusieurs oxydes d'amine de
formule générale:

