



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

Veröffentlichungsnummer:

**0 090 351**  
**A2**

12

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 83102909.5

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

22 Anmeldetag: 24.03.83

30 Priorität: 30.03.82 DE 3211677

71 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT,**  
Postfach 80 03 20, D-6230 Frankfurt am Main 80 (DE)

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 05.10.83  
Patentblatt 83/40

72 Erfinder: **Adrian, Klaus, Raenthaler Weg 18,**  
**D-6000 Frankfurt am Main 71 (DE)**  
Erfinder: **Rösch, Günter, Hohlweg 12, D-6232 Bad Soden**  
**am Taunus (DE)**

84 Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH DE FR GB IT LI NL**

54 **Flüssiges oxidatives Entschlichtungsmittel und Verfahren zum oxidativen Entschlichten.**

57 Oxidatives Entschlichtungsmittel bestehend aus 5 bis 20 Gew.-% Natrium- oder Ammoniumpersulfat, Kalium-, Natrium-, Ammonium- oder Calciumperoxodiphosphat, 20 bis 50 Gew.-% eines oder mehrerer Tenside aus der Gruppe C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>-sek.-Alkansulfonate, C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylphenoloxethylate mit 6 bis 12 Einheiten Ethylenoxid und C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkoholoxethylate mit 3 bis 8 Einheiten Ethylenoxid sowie Wasser entsprechend dem Ausgleich zu 100%. Der Vorteil dieses Entschlichtungsmittels besteht darin, daß man eine wesentlich geringere Menge an Persulfat benötigt als beim Entschlichten allein mit Persulfat. Außerdem ist dieses Entschlichtungsmittel flüssig und damit leicht dosierbar.

**EP 0 090 351 A2**

Flüssiges oxidatives Entschlichtungsmittel und Verfahren  
zum oxidativen Entschlichten

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 zur  
5 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 Durchschnittspolymerisations-  
10 Grades ausdrückt.

Weiterhin ist aus der DE-OS 29 13 177 bekannt, daß es durch geeignete Kaliumpersulfat-Tensid-Kombination möglich ist, den gleichen Entschlichtungseffekt mit einer wesentlich  
15 niedrigeren Persulfatkonzentration zu erreichen. Solche Tensid/Kaliumpersulfat-Kombinationen werden vor dem Gebrauch als fertige Zubereitungen hergestellt und sind zum Zwecke einer ausreichenden Lagerstabilität hochviskos bzw. pastös. Sie sind deshalb vor dem Gebrauch separat zu lösen. Dies  
20 ist für deren praktischen Einsatz ein schwerwiegender Nachteil, da ein Vorlösen zusätzlichen Arbeitsaufwand bedeutet und andererseits nicht einwandfrei gelöste Persulfatteilchen auf dem Textilmaterial örtlich zu Faserschädigungen führen. Außerdem ist bei Großverbrauchern der Zusatz der  
25 Einzukomponenten zu den Entschlichtungs-, Abkoch- und Bleichflotten über Dosierpumpen üblich, so daß die Verwendung von pump- und dosierfähigen Produkten unerläßlich ist. Solche dosierfähigen, flüssigen Kaliumpersulfat/Tensid-Kombinationen konnten bisher in der von den Textilbetrieben  
30 geforderten Konzentration nicht hergestellt werden.

Es wurde nun überraschend gefunden, daß solche flüssigen, lagerstabilen Persulfat/Tensidkombinationen erhalten werden, wenn man ausgewählte anionische und nichtionische Tenside

verwendet und anstelle von Kaliumpersulfat das Natrium-, Ammoniumpersulfat oder Peroxodiphosphate einarbeitet.

Gegenstand der Erfindung ist ein neues oxidatives Entschlichtungsmittel bestehend aus 5 bis 20 Gew.% Natrium- oder Ammoniumpersulfat, Kalium-, Natrium-, Ammonium- oder Calciumperoxodiphosphat, 20 bis 50 Gew.-% eines oder mehrerer Tenside aus der Gruppe  $C_8-C_{20}$ -sek. Alkansulfonate,  $C_4-C_{12}$ -Alkylphenoloxethylate mit 6-12 Einheiten Ethylenoxid und  $C_{10}-C_{18}$ -Fettalkoholoxethylate mit 3 bis 8 Einheiten Ethylenoxid sowie Wasser entsprechend dem Ausgleich zu 100 %.

Man kann die oben genannten Gruppen von Tensiden jeweils allein nehmen oder in Kombination miteinander. Bevorzugt werden Mischungen aus einem Alkansulfonat und einem der beiden nichtionischen Tenside im Gewichtsverhältnis von 1 : 6 bzw. 6 : 1.

Man erhält das erfindungsgemäße Entschlichtungsmittel, indem man bei ca. 50°C während 1-2 Stunden das Persulfat bzw. Peroxodiphosphat in dem Tensid bzw. den Tensiden löst, abkühlen läßt und dann mit der erforderlichen Menge Wasser verdünnt.

Diese Tensid-Persulfat bzw. Peroxodiphosphat-Mischung ist zur oxidativen Entschlichtung von Geweben, die Cellulosefasern alleine oder in Mischung mit Synthefasern enthalten, geeignet. Man imprägniert das Gewebe mit einer wäßrigen Lösung dieses Entschlichtungsmittels bei gleichzeitigem Zusatz von Alkali, vorzugsweise Natronlauge. Da so imprägnierte Material wird durch Abquetschen auf einen Feuchtigkeitsgehalt 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 Entschlichtungsmittels in der wäßrigen Flotte beträgt 0,5 bis 3, vorzugsweise 0,8 bis 2 Gew.% unter Annahme eines Abquetscheffekts von 100 %. Die Menge an zuzugebendem Alkali

wird wie üblich so gewählt, daß der pH-Wert der Flotte immer über 10 liegt. Hierzu sind im allgemeinen 0,1 bis 10, vorzugsweise 0,3 bis 4 Gew.% an festem Natriumhydroxid erforderlichlich.

5

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

10 Alkali und Waschmittel zugesetzt.

Dieses Entschlichtungsverfahren kann man auch mit einem üblichen Bleichverfahren kombinieren. In diesem Fall wird das Gewebe mit einer wässrigen Flotte imprägniert, die

15 neben dem Entschlichtungsmittel und Alkali in der oben angegebenen Menge und Zusammensetzung noch 30 bis 60 ml  $H_2O_2$  (35 %ig) in einem Liter Flotte sowie Natriumsilikat als Stabilisator enthält. Das imprägnierte Gewebe wird

20 wiederum auf ca. 100 % abgequetscht und 6 bis 24 Stunden bei Raumtemperatur gelagert oder kurzzeitig bei etwa 100 % gedämpft. Dann wird das Gewebe ausgewaschen, wobei dem Waschwasser zur Verbesserung des Schlichteabbaus Alkali und Waschmittel zugesetzt wird.

25 Der Vorteil des erfindungsgemäßen Entschlichtungsmittel besteht darin, daß es flüssig ist und damit leicht dosiert werden kann. Außerdem ist es sehr gut lagerstabil und bleibt bis zu 6 Monaten bei 30°C lagerstabil. Darüber hinaus läßt sich bei Verwendung dieser Kombination die zur

30 Entschlichtung erforderliche Menge an Perverbindung auf ca. 25 % der Menge an Perverbindung senken, die beim Entschlichten allein mit einer Perverbindung nötig wäre. Durch diese Reduzierung erreicht man eine weitgehende Vermin-

35 derung der Faserschädigung. Um diese Vorteile zu erreichen, ist es ausschlaggebend, daß gemäß dieser Erfindung die Perverbindung und das Tensid nicht separat in die Imprägnierflotte gegeben werden, sondern daß zunächst die Mischung

aus der Fer Verbindung und Tensid hergestellt und diese Mischung dann in die Flotte gegeben wird.

Die nachfolgenden Beispiele sollen das erfindungsgemäße  
5 Verfahren erläutern, aber nicht einschränken. Die Prozentangaben sind Gewichtsprozent.

#### Beispiel 1

10 Mit Stärke geschlichteter Baumwollnessel wurde mit einer Lösung folgender Zusammensetzung imprägniert:

6,0 % Natriumhydroxid

1,5 % Persulfat-Tensid-Mischung

15 folgender Zusammensetzung:

5,0 % Nonylphenolpolyglykolether + 8 Mol AeO

30,0 % sekundäres Alkansulfonat ( $C_{11}-C_{17}$ )

7,0 % Peroxidisulfat (Na-Salz)

Rest Wasser

20

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

25

Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 66,7 % auf. Der Entschlichtungsgrad, gemessen nach Violettskala TEGEWA, ist 8 - 9. Der Durchschnittspolymerisationsgrad (DP) des behandelten Materials beträgt 2550.

30

#### Beispiel 2

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

3,0 % Natriumhydroxid

1,5 % Persulfat-Tensid-Kombination

folgender Zusammensetzung:

10,0 % C<sub>10</sub>-C<sub>14</sub>-Fettalkoholpolyglykolether + 6 Mol AeO

5 10,0 % sekundäres Alkansulfonat (C<sub>11</sub>-C<sub>17</sub>)

7,0 % Peroxidisulfat (NH<sub>4</sub>-Salz)

Rest Wasser

Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtegehalt  
10 abgequetscht, aufgewickelt und verweilt in Dampfatmosfera  
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 67,2 % auf.

15 Der Entschlichtungsgrad, gemessen nach Violettskala TEGEWA,  
ist 8 - 9. Der DP-Wert des behandelten Materials ist 2500.

### Beispiel 3

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

20

4,0 % Wasserstoffperoxid 35 %ig

2,0 % Natriumsilikat 36 - 38°Bé

1,0 % Natriumhydroxid

1,0 % Persulfat-Tensid-Kombination:

25 folgender Zusammensetzung:

30,0 % Nonylphenolpolyglykolether + 6 Mol AeO

5,0 % sekundäres Alkansulfonat (C<sub>11</sub>-C<sub>17</sub>)

17,0 % Peroxidisulfat (NH<sub>4</sub>-Salz)

Rest Wasser

30

Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtegehalt  
abgequetscht, auf eine Kaule gewickelt und mit Plastikfolie  
umwickelt, um ein Antrocknen zu vermeiden. Die Kaule wird  
anschließend 16 - 20 Stunden bei Raumtemperatur verweilen  
35 lassen. Anschließend wird die Ware unter Alkalizusatz in  
den ersten Waschbädern ausgewaschen.

Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 85 % auf.  
Der Entschlichtungsgrad, gemessen nach Violettskala TEGEWA,  
ist 9. Der DP-Wert des behandelten Materials ist 2450.

5 Beispiel 4

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

- 10 3,0 % Wasserstoffperoxid 35 %ig  
1,0 % Natriumsilikat 36 - 38<sup>o</sup>Bé  
0,6 % Natriumhydroxid  
3,0 % Persulfat-Tensid-Kombination  
folgender Zusammensetzung:
- 15 5,0 % C<sub>10</sub>-C<sub>14</sub>-Fettalkoholpolyglykolether + 5 Mol AeO  
30,0 % sekundäres Alkansulfonat (C<sub>11</sub>-C<sub>17</sub>)  
7,0 % Peroxidisulfat (Na- oder NH<sub>4</sub>-Salz)  
Rest Wasser
- 20 Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtegehalt  
abgequetscht und auf einem Dämpfer bei 100 - 102<sup>o</sup>C mit  
Dampf behandelt. Anschließend wird die Ware unter Alkali-  
zusatz in den ersten Waschbädern ausgewaschen.
- 25 Die so behandelte Ware weist einen Weißgrad von 84 % auf.  
Der Entschlichtungsgrad, gemessen nach Violettskala TEGEWA,  
ist 8 - 9. Der DP-Wert des behandelten Materials ist 2400.

Beispiel 5

Mit Stärke geschlichteter Baumwollnessel wurde mit einer Lösung folgender Zusammensetzung imprägniert:

5

6,0 % Natriumhydroxid

1,5 % Peroxodiphosphat-Tensid-Mischung  
folgender Zusammensetzung:

5,0 % Nonylphenolpolyglykoether + 8 - 10 Mol AeO

10 30,0 % sekundäres Alkansulfonat (C<sub>11</sub>-C<sub>17</sub>)

8,0 % Peroxodiphosphat (Natriumsalz)

Rest Wasser

Das so imprägnierte Material wird auf 100 %igen Restfeuchte-  
15 gehalt abgequetscht und auf einem Dämpfer bei 103 - 105°C  
mit Dampf behandelt. Anschließend ist die Ware alkalifrei  
zu waschen.

Die so behandelte Ware weist einen Weissgrad von 68,6 % auf.  
20 Der Entschlichtungsgrad, gemessen nach Violettskala TEGEWA,  
ist 8.

Der Durchschnittspolymerisationsgrad (DP) des behandelten  
Materials beträgt 2400.

25 Beispiel 6

Baumwollnessel wie im vorstehenden Beispiel wird mit einer  
Lösung folgender Zusammensetzung imprägniert:

30 5,0 % Wasserstoffperoxid 35 %ig

2,0 % Natriumsilikat 36 - 38°Be.

1,0 % Natriumhydroxid

1,5 % Peroxodiphosphat-Tensid-Mischung  
folgender Zusammensetzung:

35 30,0 % Nonylphenolpolyglykoether + 10 Mol AeO

5,0 % sekundäres Alkansulfonat (C<sub>11</sub>-C<sub>17</sub>)

15,0 % Peroxodiphosphat (Ammoniumsalz)

## Rest Wasser

Das imprägnierte Material wird auf 100 % Restfeuchtegehalt abgequetscht, auf eine Kaule gewickelt und mit Plastikfolie umwickelt, um ein Antrocknen zu vermeiden. Die Kaule wird 5 anschließend 16 - 20 Stunden bei Raumtemperatur verweilen lassen. Nachfolgend wird die Ware unter Alkalizusatz in den ersten Waschbädern ausgewaschen.

- 10 Die so behandelte Ware weist einen Weissgrad von 84 % auf. Der Entschlichtungsgrad, gemessen nach der Violettskala TEGEWA, ist 7 - 8. Der DP-Wert des behandelten Materials ist 2300.

Patentansprüche:

1. Oxidatives Entschlichtungsmittel bestehend aus 5 bis 20 Gew.-% Natrium- oder Ammoniumpersulfat, Kalium-, Natrium-, Ammonium- oder Calciumperoxodiphosphat, 20 bis 50 Gew.-% eines oder mehrerer Tenside aus der Gruppe  
5 C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>-sek.-Alkansulfonate, C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylphenoloxethylate mit 6 bis 12 Einheiten Ethylenoxid und C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkoholoxethylate mit 3 bis 8 Einheiten Ethylenoxid sowie Wasser entsprechend dem Ausgleich zu 100 %.
- 10 2. Oxidatives Entschlichtungsmittel nach Anspruch 1 enthaltend ein Alkansulfonat und ein Alkylphenoloxethylat oder Fettalkoholoxethylat im Gewichtsverhältnis 1 : 6 bis 6 : 1.