



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Veröffentlichungsnummer:

0 102 930

B2

⑫

NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

⑯ Veröffentlichungstag der neuen Patentschrift:
19.09.90

⑮ Int. Cl.⁵: **D 06 M 11/38**

⑯ Anmeldenummer: **83810399.2**

⑯ Anmeldetag: **02.09.83**

⑯ **Netzmittel und ihre Verwendung als Mercerisierhilfsmittel.**

⑯ Priorität: **08.09.82 CH 5336/82**

⑯ Patentinhaber: **CIBA-GEIGY AG**
Klybeckstrasse 141
CH-4002 Basel (CH)

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
14.03.84 Patentblatt 84/11

⑯ Erfinder: **Abel, Heinz**
Egertenstrasse 5
CH-4153 Reinach (CH)
Erfinder: **Guth, Christian**
In den Klostermatten 26
CH-4052 Basel (CH)

⑯ Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
15.10.86 Patentblatt 86/42

⑯ Entgegenhaltungen:
DE-Anm. C 28 8K 2, bek. gemacht 15.2.51
Chwala/Anger, Handbuch der Textilhilfsmittel,
1977, S. 353

⑯ Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT LI

Melliand Textilberichte, 41. Jhrg., Nr. 11, 1960,
S. 1398-1403

⑯ Entgegenhaltungen:
BE-A- 698 817
DE-B-1 619 040
DE-C- 606 025
DE-C- 724 755

EP 0 102 930 B2

Die Akte enthält technische Angaben, die nach
dem Eingang der Anmeldung eingereicht
wurden und die nicht in dieser Patentschrift
enthalten sind.

EP 0 102 930 B2

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft Netzmittel, die insbesondere als Mercerisierhilfsmittel verwendet werden können.

5 Die Mercerisation ist ein üblicher Schritt bei der Verarbeitung von cellulosehaltigen Fasermaterialien und betrifft die Behandlung dieser Materialien in wässrigen alkalischen Flotten.

Für die Mercerisation geeignete Netzmittel sind schon seit langem bekannt. CH—A—192 832 beschreibt z.B. Schwefelsäureester von Aethylenoxidaddukten aliphatischer Alkohole, die die Netzfähigkeit der Mercerisierflotten erhöhen. Gemäss CH—A—271 087 wird das Netzvermögen dieser Flotten durch eine

10 Mischung von Alkylschwefelsäuren mit gewissen Alkoholen und Athern erhöht. Ferner ist aus DE—A—1 048 865 bekannt, die Schwefelsäureester gemäss CH—A—192 832 im Gemisch mit einem verzweigten Fettalkohol als Netzmittel bei der Mercerisation von Baumwollgarn einzusetzen.

Die diese Netzmittel enthaltenden stark alkalischen Mercerisierflotten besitzen jedoch ein in vielen Fällen noch unzureichendes Netzvermögen. Dazu kommt, dass insbesondere bei tieferen Temperaturen

15 und hohen Laugenkonzentrationen diese Flotten zur Gelbildung neigen können. Ihr grösster Nachteil ist aber in der z.T. sehr starken Schaumbildung während der Mercerisation zu sehen, was das Arbeiten insbesondere auf Garnmercerisiermaschinen sehr beeinträchtigen kann. Ferner stört die Bildung voluminöser Schaumschichten auch die Aufkonzentrierung und Rückgewinnung der Alkalilauge aus den auf das Mercerisierbad folgenden Waschbädern.

20 Unzureichende Netzwerkung und insbesondere zu starke Schaumbildung sind Nachteile, die sich vor allem in der Garnmercerisation und bei den modernen, schnell arbeitenden Mercerisiermaschinen auf drastische Weise bemerkbar machen. Da die zu mercerisierende Ware mit hoher Geschwindigkeit durch die Flotte bewegt wird, muss sie innerhalb einer kürzeren Zeit benetzt werden, als das bei langsamer arbeitenden Maschinen der Fall ist. Die höhere Durchlaufgeschwindigkeit des zu mercerisierenden

25 Materials gibt in der Regel Anlass zu vermehrter Schaumbildung auf der Flotte. Bei der Garnmercerisation verhindert dies nicht nur die schnelle, sondern auch die gleichmässige Benetzung des Garns. Gleichzeitig steigt die Konzentration an Mercerisierlauge in den der Mercerisierflotte nachfolgenden Waschbädern schneller an. Dies bedeutet, dass bei kontinuierlicher Arbeitsweise pro Zeiteinheit eine grössere Menge an Lauge aus diesen Waschbädern zurückgewonnen werden muss. Die Durchführung sowohl der

30 Mercerisation als auch der Laugenrückgewinnung innerhalb einer kürzeren Zeit ist aber nur dann möglich, wenn sich die Schaumbildung in Grenzen hält und das verwendete Netzmittel eine gute Netzwerkung besitzt.

Es wurden nun Netzmittel gefunden, die, in Mercerisierflotten eingesetzt, die genannten Nachteile überwinden und sich durch eine gute Netzwerkung und sehr geringe Schaumbildung auszeichnen.

35 Insbesondere offenbart BE—A—698 817 schaumarme Netzmittel zur Verwendung als Mercerisiermittel, die

mindestens ein anionisches Tensid auf der Basis von Sulfaten oder Sulfonaten, vorzugsweise sulfonierte, aliphatische Kohlenwasserstoffe mit 6—18 Kohlenstoffatomen, z.B. Kokosfett-Dinatriumsulfonat, Schwefelsäureester eines technischen Octanolgemisches oder des 2-Aethyl-n-hexanols,

40 mindestens einen sekundären Phosphorsäureester eines aliphatischen Alkohols in Salzform, z.B. Diisopropylphosphat-Natriumsalz oder Di(β-äthoxyäthyl)-phosphat-Natriumsalz, gegebenenfalls eine tertiären Phosphorsäureester eines aliphatischen Alkohols, z.B. Triisobutylphosphat oder Tri(β-äthoxyäthyl)-phosphat und

gegebenenfalls einen primären Phosphorsäureester, z.B. Monoisobutylphosphat-Dinatriumsalz

45 enthalten.

Im Gegensatz dazu enthalten die erfindungsgemässen Netzmittel neben einem Schwefelsäureester eines Fettalkohols, z.B. des 2-Aethyl-n-hexanols, und einem Phosphorsäureester eines Monoalkohols, z.B. des Butanols oder Isobutanols stets einen C₆—C₁₈ Alkohol, z.B. 2-Aethyl-n-hexanol, und gegebenenfalls ein Hydrotopierungsmittel, z.B. 2,4-Dihydroxy-2-methyl-pentan.

50 Die aus BE—A—698 817 bekannten Netzmittel weisen eine unzureichende Netzwerkung auf, die sich in relativ niederen Schrumpfgeschwindigkeiten der Baumwolle äussert.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind daher Netzmittel, die

(a) Schwefelsäureester eines Fettalkohols mit 8 oder 9 Kohlenstoffatomen,

(b) Phosphorsäureester eines Monoalkohols mit 4 bis 6 Kohlenstoffatomen,

55 (c) Alkohole mit 6 bis 18 Kohlenstoffatomen oder deren Kondensationsprodukte mit Paraformaldehyd und gegebenenfalls

(d) ein Hydrotopierungsmittel

enthalten.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ferner die Verwendung der Netzmittel bei der

60 Mercerisation cellulosehaltiger Fasermaterialien sowie die die Netzmittel enthaltenden Mercerisierbäder.

Als Komponente (a) in den erfindungsgemässen Netzmitteln kommen Schwefelsäureester von

Fettalkoholen der Formel

(1)

R₁—O—SO₃H

65

EP 0 102 930 B2

in Betracht. Der Alkylrest R_1 in dieser Formel enthält 8 oder 9 Kohlenstoffatome und leitet sich vom Octyl- oder Nonylalkohol ab.

5 Besonders gute Ergebnisse werden mit den Schwefelsäureestern von verzweigten Isomeren der genannten Alkohole erzielt, wie z.B. 2-Aethylhexanol oder Trimethylhexanol. Die genannten Schwefelsäureester können allein oder als (technisches) Gemisch untereinander in den erfindungsgemäßen Netzmitteln eingesetzt werden.

Die als Komponente (b) eingesetzten Phosphorsäureester eines Monoalkohols können als Monoester der Formel

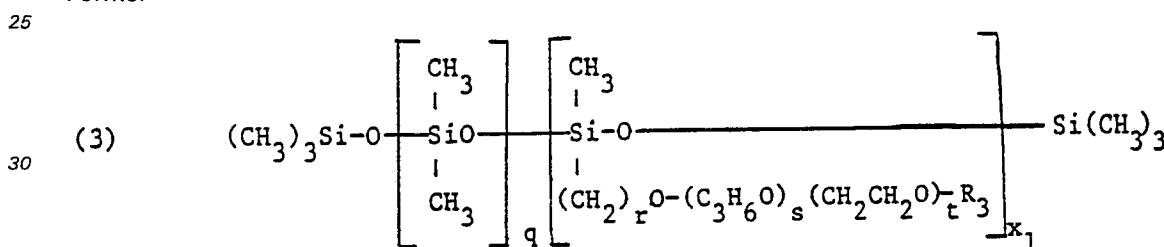


oder als Gemisch aus den Estern der Formeln (2a) und (2b) vorliegen.

Darin enthalten die Reste R_2 4 bis 6 Kohlenstoffatome und leiten sich vom Butyl-, Amyl- und Hexylalkohol ab. Die Phosphorsäureester können allein oder auch als (technisches) Gemisch untereinander verwendet werden. Besonders geeignet ist Monobutylphosphat.

15 Als Komponente (c) können Hexanol, Heptanol sowie Octyl-, Nonyl- und Decylalkohol ferner auch Lauryl-, Myristyl-, Cetyl-, Stearyl- und Oleyl-alkohol verwendet werden. Diese können auch in Form von Kondensationsprodukten mit Paraformaldehyd $[(CH_2O)_x]$ verwendet werden. Die Komponente (c) kann wie die Komponenten (a) und (b) in Form von (technischen) Gemischen der in Frage kommenden Alkohole zur 20 Anwendung kommen.

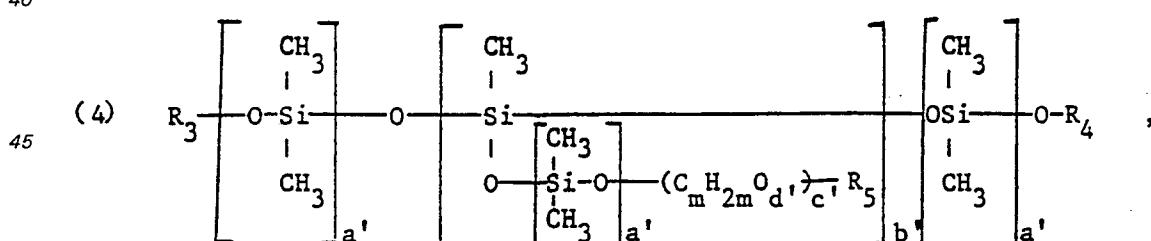
Eine weitere Komponente, die in Kombination mit den genannten Komponenten (a) bis (d) verwendet werden kann (Komponente (e)), ist ein Addukt aus einem Organopolysiloxan, vorzugsweise Dimethylpolysiloxan und Aethylen- oder Propylenoxid. Solche Addukte können durch die wahrscheinliche Formel



35 dargestellt werden, worin q 3 bis 50, vorzugsweise 3 bis 25, r 2 oder 3, s 0 bis 15, t 1 bis 25, x_1 3 bis 10 und R_3 Alky mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Methyl, ist.

Derartige Polyäthersiloxane sind z.B. in DE-B-1 719 238 sowie in US-A-2 834 748, 3 389 160 und 3 505 377 beschrieben.

40 Weitere Polyäthersiloxane, welche als fakultative Komponente (e) verwendet werden können, entsprechen der wahrscheinlichen Formel



50 50 worin R_3 und R_4 je Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Methyl sind, a' 1 bis 20, b' 2 bis 20, c' 1 bis 50, d' 1 oder 2, vorzugsweise 1, und m 2 bis 5 ist.

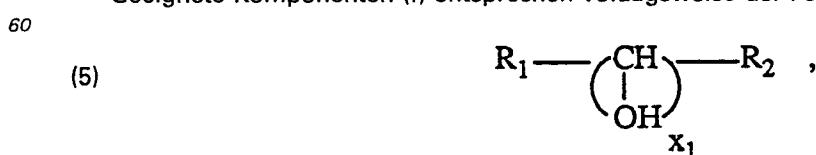
Derartige Siloxanverbindungen sind in DE-B-1 795 557 beschrieben.

Bevorzugt sind nun solche Siloxanverbindungen, die einen Trübungspunkt von 20 bis 70, insbesondere von 25 bis 50°C aufweisen.

55 Als handelsübliche Komponente (e), welche der wahrscheinlichen Formel (3) entspricht, und einen Trübungspunkt von 32°C aufweist, eignet sich z.B. SILICONSURFACTANT L 546® (Handelsmarke).

Die erfindungsgemäßen Netzmittel können weitere Komponenten, wie z.B. Komplexierungsmittel (Komponente (f)) enthalten.

Geeignete Komponenten (f) entsprechen vorzugsweise der Formel



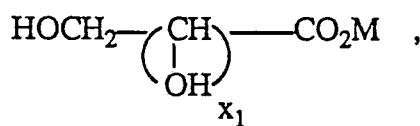
EP 0 102 930 B2

worin R₁ und R₂ unabhängig voneinander —CH₂OH, —CHO oder —CO₂M bedeuten, M Wasserstoff oder ein Alkalimetall, vorzugsweise Natrium, und x₁ 2 bis 5 ist.

Besonders bevorzugte Verbindungen der Formel (5) sind Hydroxycarbonsäuren der Formel

5

(6)

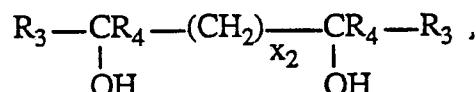


10 worin M und x₁ die angegebenen Bedeutungen haben, oder ein Lacton dieser Hydroxycarbonsäuren. Gluconsäure und Glucoheptansäure bzw. ihre Natriumsalze zeigen besonders gute Resultate.

Geeignete Hydrotropierungsmittel (Komponente (d)) entsprechen vorzugsweise der Formel

15

(7)



worin R₃ und R₄ unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere Methyl sind, und x₂ 1 bis 5 ist.

20 In bevorzugten Verbindungen der Formel (7) ist x₂ 1 und R₃ und R₄ unabhängig voneinander Wasserstoff oder Methyl. Als besonders wertvolle Verbindung ist z.B. das 2-Methyl-2,4-pentandiol zu nennen.

Erfindungsgemäße Netzmittel, die sowohl die Komponente (f) als auch die Komponente (d) enthalten, führen zu besonders guten Resultaten. Insbesondere ist in diesem Zusammenhang die Kombination 25 Gluconsäure (Natriumsalz)/2,4-Dihydroxy-2-methyl-pentan zu erwähnen.

Die Komponenten (a), (b), (c) und (d) gegebenenfalls (e) und/oder (f) werden vorzugsweise in Form einer wässrigen Lösung verwendet.

Vorzugsweise enthalten die wässrigen Lösungen der erfindungsgemäßen Netzmittel 5—50% der Komponente (a), 0,5—30% der Komponente (b), 0,5—5% der Komponente (c), 5—15% der Komponente (d) und gegebenenfalls 0,1—1% der Komponente (e) und/oder 0,1—5% der Komponente (f).

30 Sehr geeignet sind solche Netzmittel, die in wässriger Lösung 25—40% der Komponente (a), 0,5—20% der Komponente (b), 0,5—2% der Komponente (c), 10—15% der Komponente (d) und gegebenenfalls 0,1—0,5% der Komponente (e) und/oder 2—4% der Komponente (f) enthalten.

Besonders bevorzugte Netzmittel enthalten in wässriger Lösung 30—35% der Komponente (a), 35 0,5—10% der Komponente (b), 1—1,5% der Komponente (c), 10—15% der Komponente (d), 0,1—0,5% der Komponente (e) und 2—4% der Komponente (f).

Die erfindungsgemäßen Netzmittel eignen sich als Hilfsmittel bei Veredlungsprozessen cellulosehaltiger Fasermaterialien. Insbesondere erweisen sie sich als wertvolle Netzmittel bei der Mercerisation dieser Fasermaterialien. Zu diesem Zweck werden 1—20, vorzugsweise 2,5—10 g der oben genannten wässrigen Lösungen pro Liter Mercerisierflotte verwendet.

40 Cellulosefasern erhalten bei der Mercerisation beispielsweise einen höheren Glanz. Gleichzeitig werden ihre Farbstoffaufnahmefähigkeit sowie die Reissfestigkeit verbessert. Die Fasern werden dazu mit konzentrierten Laugen (etwa 22—28%), wie z.B. wässrigen Lösungen von Lithium-, Natrium- oder Kaliumhydroxid oder Mischungen dieser Hydroxide behandelt. Dabei können die Fasern einer gleichzeitigen Streckung unterworfen werden, wodurch sich eine weiter Steigerung des Glanzeffektes erreichen lässt.

Vorzugsweise beträgt die Temperatur der Mercerisierflotten etwa 5 bis 20°C. Je nachdem, ob die Fasern in trockenem, vorgekochtem oder vorgenetztem Zustand mercerisiert werden, spricht man von der Trocken- oder Nassmercerisation. Besonders die Trockenmercerisation macht verständlicherweise die Verwendung von sehr wirksamen Netzmitteln erforderlich.

50 Als cellulosehaltige Fasermaterialien kommen vor allem Baumwolle und Mischgewebe mit Regeneratcellulosen wie z.B. Zellwollen und Kunstseiden (Reyon) in Frage. Die Mercerisation von Mischgeweben aus nativen (z.B. Baumwolle, sowie Hanf und Flachs) und regenerierten Cellulosen stellt aber auf Grund der auseinanderstrebenden Eigenschaften dieser Komponenten hohe Anforderungen an die Konzentration sowie Zusammensetzung der Mercerisierlaugen. Deshalb wird Mischgewebe fast ausschliesslich trocken mercerisiert, wodurch ein zusätzlicher (kritischer) Kontakt des Mischgewebes mit Koch- bzw. Netzbädern vermieden wird.

Technisch wird die Mercerisation als Garn- oder Stückmercerisation durchgeführt. Eine detaillierte Beschreibung dieser Verfahren sowie auch der Mercerisation im allgemeinen ist z.B. in Lindner, Textilhilfsmittel und Waschrohstoffe, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart, 1964, Band 2, Seite 60 1474 ff gegeben.

Erfindungsgemäße Netzmittel, insbesondere soche, welche die Komponente (a) bis (5) enthalten, ermöglichen aber auch eine schnelle und störungsfreie Rückgewinnung der Lauge aus den auf das Mercerisierbad folgenden (Mercerisier-) Waschbädern. Beim Abdestillieren des Wassers aus diesen Bädern, wodurch eine Aufkonzentrierung der Lauge auf den Laugengehalt des Mercerisierbades erreicht

EP 0 102 930 B2

wird, ziegen diese Netzmittel eine ausserordentlich geringe Tendenz zur Schaumbildung. Die erhaltene konzentrierte Lauge kann dann im Mercerisierbad wieder verwendet werden.

Die erfindungsgemässen Netzmittel zeigen sich also hinsichtlich ihrer Netzwirkung dem stand der Technik mindestens ebenbürtig, wiesen aber darüber hinaus den grossen Vorteil auf, dass sie z.B. bei der erwähnten Laugenrückgewinnung kaum zur Schaumbildung neigen.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie darauf zu beschränken. Teile und Prozente beziehen sich auf das Gewicht, sofern nicht anders angegeben.

Beispiel 1

10 In diesem Beispiel wird die Schrumpfgeschwindigkeit von Baumwolle in Mercerisierlauge gemäss DIN 53987 (Entwurf Juli 1973) bestimmt. Danach wird ein Glaszylinder mit 150 ml einer auf 15°C abgekühlten Natronlauge (24%) gefüllt, die 5 g/l es Netzmittels der nachfolgenden Zusammensetzung enthält:

- (a) 23,75% Schwefelsäureester des 2-Aethyl-n-hexanols,
- (b) 25,0% Phosphorsäureester des Butanols,
- (c) 1,0% 2-Aethylhexanol und
- (e) 0,25% Silicon surfactant L 546® (Handelsmarke) sowie 50,0% Wasser.

15 Ein Baumwollstrang (Gewicht: 1 g, Länge 24 cm), der mit einem Gewicht von 33 g beschwert ist, wird in den gefüllten Zylinder eingetaucht und dann die Längenänderung des Stranges in äquidistanten 20 Zeitintervallen gemessen. Die daraus ermittelbare Schrumpfgeschwindigkeit ist ein Mass für die Wirksamkeit der in der Mercerisierlauge verwendeten Netzmittel.

25 Zum Vergleich wird eine Mercerisierlauge verwendet, die als Netzmittel nur 5 g/l des Schwefelsäureesters des 2-Aethyl-n-hexanols enthält, und die Schrumpfgeschwindigkeit eines gleichen Baumwollstrangs bestimmt. Die Ergebnisse sind in den Tabellen 1a) und 1b) zusammengefasst.

TABELLE 1a) Schrumpfung in Millimetern (mm)

Eintauchzeit (sec)	Netzmittel gemäss Erfindung (g/l)				Vergleich (g/l)			
	1	3	5	7	1	3	5	7
10	2	14	44	47	1	15	41	45
20	7	30	52	49	8	31	48	48
30	12	36	54	50	11	37	49	48
40	18	40			15	41	49	49
50	22	42			18	43	50	50
60	26	43			23	44		
90	30	44			26	45		
120	33	47			29	47		

EP 0 102 930 B2

TABELLE 1b) Schrumpfung in Prozent

5	Eintauchzeit (s)	Netzmittel gemass Erfindung (g/l)				Vergleich (g/l)			
		1	3	5	7	1	3	5	7
10	10	3,3	23,3	73,3	78,3	1,7	25,0	68,3	75,0
	20	11,7	50,0	86,7	81,7	13,3	51,7	80,0	80,0
15	30	20,0	60,0	90,0	83,3	18,3	61,7	81,7	80,0
	40	30,0	66,7			25,0	68,3	81,7	81,7
20	50	36,7	70,0			30,0	71,7	83,3	83,3
	60	43,3	71,7			38,3	73,3		
	90	50,0	73,3			43,3	75,0		
25	120	55,0	78,3			48,3	78,3		

Durch Verwendung von z.B. 5 g/l des erfindungsgemässen Netzmittels erhält man nach bereits 30 Sekunden eine höhere Schrumpfung als mit dem Vergleichsnetzmittel nach 50 Sekunden.

Beispiel 2

Dieses Beispiel zeigt das Schaumverhalten der Mercerisierflossen in der Applikation anhand des Glaszylderschütteltests.

100 ml Natronlauge (24%), die 1 bzw. 2 g/l der in Beispiel 1 verwendeten Netzmittels enthält, werden in 35 einen Glaszyylinder eingefüllt und auf eine Temperatur von 25°C gebracht. Der Glaszyylinder wird dann 1 Minute kräftig geschüttelt und die Höhe des entstandenen Schaums nach bestimmten Zeiten gemessen.

Zum Vergleich wird auch das Schaumverhalten einer Mercerisierflotte untersucht, die anstelle des oben verwendeten Netzmittels 1 bzw. 2 g/l des Schwefelsäureesters des 2-Aethyl-n-hexanols enthält. Die Ergebnisse sind aus der Tabelle 2 ersichtlich.

TABELLE 2: Schaumhöhe in Millimetern (mm)

45	Netzmittel (g/l)	sofort	nach			
			1 min	2 min	5 min	10 min
50	1 2 erfindungsgemäss	26	0	0	0	0
		30	0	0	0	0
55	1 2 Vergleich	56	48	46	40	38
		82	78	70	58	56

Während das Vergleichsnetzmittel z.T. sehr grosse Schaumhöhen zulässt, unterdrückt das erfindungsgemäss Netzmittel die Schaumbildung vollständig.

Beispiel 3

Dieses Beispiel zeigt das Schaumverhalten eines nach der Mercerisierung verwendeten Waschbades bei der Laugenrückgewinnung.

Aus 500 ml verdünnter Mercerisierlauge (15%), die 65 300 ml Natronlauge (24%)

EP 0 102 930 B2

- 5 g/l Netzmittel gemäss Beispiel 1 und
192,5 ml Wasser
enthält, wird am Rotationsverdampfer bei etwa 10—20 mbar solange Wasser abdestilliert, bis die
Laugenkonzentration wieder 24% beträgt. Während der Destillation wird die Höhe des entstandenen
5 Schaums in Abhängigkeit von der Zeit gemessen.
Zum Vergleich wird dieser Vorgang mit 500 ml Mercerisierlauge, die 5 g/fl des Schwefelsäureesters
des 2-Aethyl-n-hexanols als Netzmittel enthält, wiederholt.

10

TABELLE 3: Schaumhöhe in Millimetern (mm)

15

20

25

30

Netzmittel	Kochzeit (Minuten)	Schaumhöhe (mm)
erfindungsgemäss	Kochbeginn	5
	35	2
	40	0
	60	5
Vergleich	Kochbeginn	
	25	20
	35	> 70
	60	> 70

- 35 Die Schaumentwicklung bei der Laugenrückgewinnung wird durch das erfindungsgemässen Netzmittel
gemessen am Vergleichsnetzmittel deutlich herabgesetzt.

Beispiel 4

- Dieses Beispiel zeigt die Wirksamkeit der erfindungsgemässen Netzmittel in stark alkalischen
Mercerisierflotten.
- 40 Entschlichtetes Baumwollgewebe (Quadratmetergewicht 180 g) wird ohne Spannung auf einem
Nadelrahmen befestigt und während 1 Minute in eine Mercerisierflotte getaucht, die pro Liter 311,9 g
Natronlauge (was einer 25%igen Lösung entspricht) und 6 g eines Netzmittels aus (a) 80% einer 40%igen
wässrigen Lösung von 2-Aethylhexylsulfat (Natriumsalz), (b) 3% einer 50%igen wässrigen Lösung von
Monobutylphosphat, (c) 1,3% 2-Aethyl-n-hexanol, (e) 0,5% Siloconsurfactant L 546®, (f) 3,5%
45 Natriumgluconat und (d) 11,7% 2,4-Dihydroxy-2-methyl-pentan enthält. Die Temperatur der
Mercerisierflotte beträgt 18°C.

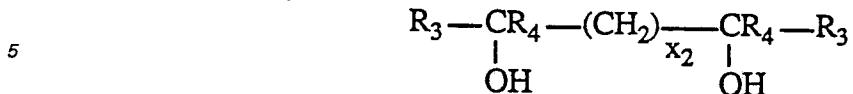
Anschliessend wird 1 Minute mit heissem Wasser (70°C) entlaugt und mit kaltem Wasser, das 5 ml/l
50 Essigsäure (40%) enthält, behandelt. Das Gewebe wird dann nachgespült, auf einem Foulard abgequetscht
und im Trockenschrank bei 100% getrocknet. Der Glanz und die Anfärbbarkeit des Gewebes sind deutlich
verbessert.

Patentansprüche

1. Netzmittel, dadurch gekennzeichnet, dass sie
55 (a) Schwefelsäureester eines Fettalkohols mit 8 oder 9 Kohlenstoffatomen,
(b) Phosphorsäureester eines Monoalkohols mit 4 bis 6 Kohlenstoffatomen,
(c) Alkohole mit 6 bis 18 Kohlenstoffatomen oder deren Kondensationsprodukte mit Paraformaldehyd
und gegebenenfalls
(d) ein Hydrotropierungsmittel
- 60 enthalten.
2. Netzmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich als Komponente (e) ein
Addukt aus einem Organopolysiloxan und Aethylen- und/oder Propylenoxid und/oder als Komponente (f)
ein Komplexierungsmittel enthalten.
3. Netzmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (c) einen Alkohol mit
65 6 bis 12 Kohlenstoffatomen enthalten.

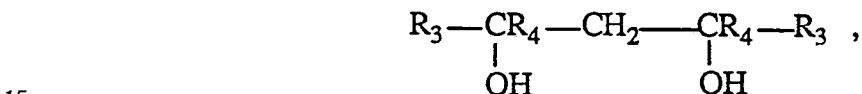
EP 0 102 930 B2

4. Netzmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (d) eine Verbindung der Formel



enthalten, worin R_3 und R_4 unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen sind, und x_2 1 bis 5 ist.

10 5. Netzmittel nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (d) eine Verbindung der Formel



enthalten, worin R_3 und R_4 unabhängig voneinander Wasserstoff oder Methyl sind.

6. Netzmittel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (d) 2-Methyl-2,4-pentandiol enthalten.

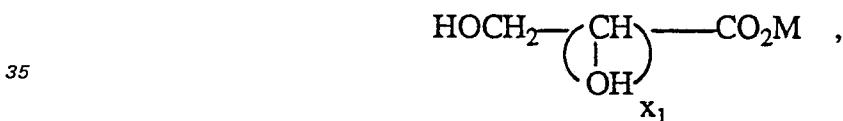
20 7. Netzmittel nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (e) ein Addukt aus einem Dimethylpolysiloxan und Aethylen- und/oder Propylenoxid enthalten.

8. Netzmittel nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (f) eine Verbindung der Formel



enthalten, worin R_1 und R_2 unabhängig voneinander $-CH_2OH$, $-CHO$ oder $-CO_2M$ sind, M Wasserstoff oder ein Alkalimetall und x_1 2 bis 5 ist.

30 9. Netzmittel nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (f) eine Verbindung der Formel



enthalten, worin M und x_1 die in Anspruch 8 angegebenen Bedeutungen haben.

10. Netzmittel nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (f) das Natriumsalz der Gluconsäure enthalten.

40 11. Netzmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie als wässrige Lösung der Komponenten (a) bis (d) und gegebenenfalls (e) und/oder (f) vorliegen.

12. Verwendung der Netzmittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11 zur Mercerisierung cellulosehaltiger Fasermaterialien.

45 **Revendications**

1. Agents mouillants, caractérisés par le fait qu'ils contiennent

(a) des esters d'acide sulfurique et d'un alcool gras ayant 8 ou 9 atomes de carbone

(b) des esters d'acide phosphorique et d'un monoalcool ayant de 4 à 6 atomes de carbone,

50 (c) des alcools ayant de 6 à 18 atomes de carbone ou leurs produits de condensation avec le parafomaldéhyde, et éventuellement

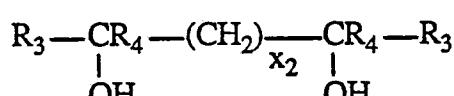
(d) un agent d'hydrotropie.

2. Agents mouillants selon la revendication 1, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en outre, en tant

55 que composant (e), un produit d'addition d'un organopolysiloxane et d'oxyde d'éthylène et/ou d'oxyde de propylène et/ou, en tant que composant (f), un agent complexant.

3. Agents mouillants selon la revendication 1, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (c) un alcool ayant de 6 à 12 atomes de carbone.

4. Agents mouillants selon la revendication 1, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (d) un composé de formule

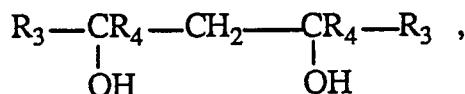


EP 0 102 930 B2

dans laquelle R_3 et R_4 sont, indépendamment l'un de l'autre, un atome d'hydrogène ou un groupe alkyle ayant de 1 à 4 atomes de carbone, et x_2 vaut de 1 à 5.

5. Agents mouillants selon la revendication 4, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (d) un composé de formule

5



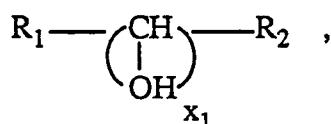
dans laquelle R_3 et R_4 sont, indépendamment l'un de l'autre, un atome d'hydrogène ou un groupe méthyle.

10 6. Agents mouillants selon la revendication 5, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (d) le 2-méthyl-2,4-pentadienol.

7. Agents mouillants selon la revendication 2, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (e) un produit d'addition d'un diméthylpolysiloxane et d'oxyde d'éthylène et/ou d'oxyde de propylène.

15 8. Agents mouillants selon la revendication 2, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (f) un composé de formule

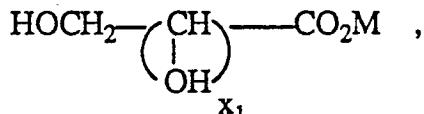
20



dans laquelle R_1 et R_2 sont, indépendamment l'un de l'autre, $-CH_2 OH$, $-CHO$ ou $-CO_2 M$, M étant un atome d'hydrogène ou de métal alcalin, et x_1 vaut de 2 à 5.

25 9. Agents mouillants selon la revendication 8, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (f) un composé de formule

30



dans laquelle M et x_1 ont les significations données dans la revendication 8.

10 10. Agents mouillants selon la revendication 9, caractérisés par le fait qu'ils contiennent en tant que composant (f) le sel sodique de l'acide gluconique.

35 11. Agents mouillants selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisés par le fait qu'ils se trouvent sous forme de solution aqueuse des composants (a) à (d) et éventuellement (e) et/ou (f).

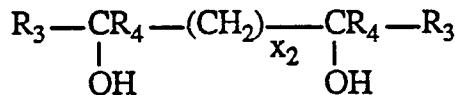
12. Utilisation des agents mouillants selon l'une des revendications 1 à 11 pour le mercerisage de matériaux fibreux contenant de la cellulose.

40

Claims

1. A wetting agent comprising
 - (a) a sulfate of C_6-C_9 alcohol,
 - (b) a phosphate of a C_4-C_6 monoalcohol,
 - (c) a C_6-C_{18} alcohol or the condensate thereof with paraformaldehyde, and optionally
 - (d) a hydrotropic agent.
2. A wetting agent according to claim 1 which additionally contains an adduct of an organopolysiloxane and ethylene oxide and/or propylene oxide as component (e) and a complexing agent as component (f).
3. A wetting agent according to claim 1, wherein component (c) is a C_6-C_{12} alcohol.
4. A wetting agent according to claim 1, wherein component (d) is a compound of formula

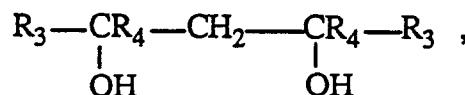
55



wherein R_3 and R_4 are each independently of the other hydrogen or C_1-C_4 alkyl and x_2 is 1 to 5.

60 5. A wetting agent according to claim 4, wherein component (d) is a compound of formula

65



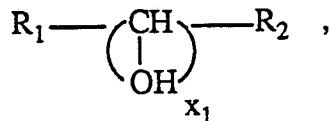
EP 0 102 930 B2

wherein R₃ and R₄ are each independently of the other hydrogen or methyl.

6. A wetting agent according to claim 5, wherein component (d) is 2-methyl-2,4-pentanediol.

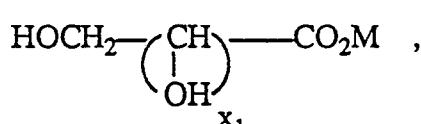
7. A wetting agent according to claim 2, wherein component (e) is an adduct of a dimethyl polysiloxane and ethylene oxide and/or propylene oxide.

5 8. A wetting agent according to claim 2, wherein component (f) is a compound of formula



wherein R₁ and R₂ are each independently of the other —CH₂OH, —CHO or —CO₂M, M is hydrogen or an alkali metal and x₁ is 2 or 5.

9. A wetting agent according to claim 8, wherein component (f) is a compound of formula



20 wherein M and x₁ are as defined in claim 1.

10. A wetting agent according to claim 9, wherein component (f) is the sodium salt of gluconic acid.

11. A wetting agent according to any one of claims 1 to 10 which is in the form of an aqueous solution of components (a) to (d) and optionally (e) and/or (f).

25 12. Use of a wetting agent according to any one of claims 1 to 11 for mercerising celulosic fibre materials.

30

35

40

45

50

55

60

65