

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 87810711.9

51 Int. Cl.4: **D 06 M 1/08**
D 06 L 1/14

22 Anmeldetag: 02.12.87

30 Priorität: 08.12.86 CH 4886/86
30.07.87 CH 2914/87

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
13.07.88 Patentblatt 88/28

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

71 Anmelder: CIBA-GEIGY AG
Klybeckstrasse 141
CH-4002 Basel (CH)

72 Erfinder: Guth, Christian
Rheinstrasse 25
CH-4127 Birsfelden (CH)

Haase, Jörg
Bettlingerstrasse 265
CH-4125 Riehen (CH)

Stehlin, Albert
Rue de Bougue 6
F-68300 Rosenau (FR)

54 Lagerstabilen, hartwasserbeständiges, wässriges Textilhilfsmittel.

57 Lagerstabile, hartwasserbeständige, wässrige Textilhilfsmittel enthaltend mindestens (a) einen Phosphorsäureester, (b) ein nicht-ionogenes Tensid, (c) ein anionisches Tensid und (d) ein Alkalimetallhydroxid. Sie können zum Netzen und Entlüften von Fasermaterialien verwendet werden.

EP 0 274 350 A1

BeschreibungLagerstabilen, hartwasserbeständiges, wässriges Textilhilfsmittel

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues Textilhilfsmittel sowie seine Verwendung zum Netzen und Entlüften von Fasermaterialien.

Es ist bekannt, z.B. aus US-A-3,433,574 und US-A-4,579,559 bei der Behandlung von Textilien, Hilfsmittel, besonders Netzmittel einzusetzen um die Behandlung in alkalischen Flotten zu verbessern. Die zur Anwendung vorgeschlagenen Hilfsmittel sind aber ungenügend lagerstabil und in hartem Wasser führen sie zu Ausfällungen.

Es wurde nun ein Textilhilfsmittel gefunden, welches diese Nachteile nicht aufweist.

Das erfindungsgemässe lagerstabile, hartwasserbeständige, wässrige Textilhilfsmittel ist dadurch gekennzeichnet, dass es mindestens (a) einen Phosphorsäureester,

(b) ein nicht-ionogenes Tensid,

(c) ein anionisches Tensid und

(d) ein Alkalimetallhydroxyd

enthält.

Als Alkalimetallhydroxyde, kommen das Kalium- und vorzugsweise das Natriumhydroxyd in Betracht.

Die Komponenten (b) und (c) können als Einzelverbindungen oder als Gemische vorhanden sein.

Unter Phosphorsäureester als Komponente (a) werden Alkylphosphorsäureester verstanden, die durch Eintragen von 1 Mol Phosphor(V)-oxid in 3 Mol eines Fettalkohols unter guter Kühlung hergestellt werden können, wobei 1 Mol eines Dialkylphosphorsäureesters und 1 Mol eines Monoalkylphosphorsäureesters entstehen. Dieses Gemisch wird trivial auch als 1 1/2 Ester bezeichnet.

Als Fettalkohole kommen solche mit 6 bis 10, vorzugsweise 8 bis 10 und ganz besonders 8 C-Atomen in Betracht. Besonders bevorzugt ist das 2-Ethylhexanol.

Geeignete nichtionogene Tenside der Komponente (b) sind nichtionogene Alkylenoxidanlagerungsprodukte von 1 bis 100 Mol Alkylenoxid, z.B. Ethylenoxid und/oder Propylenoxid, an 1 Mol eines aliphatischen Monoalkohols mit mindestens 4 C-Atomen, eines 3- bis 6-wertigen aliphatischen Alkohols, eines gegebenenfalls durch Alkyl oder Phenyl substituierten Phenols oder einer Fettsäure mit 8 bis 22 C-Atomen. Bevorzugt sind Monoalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen. Die bevorzugten Anlagerungsprodukte sind vorzugsweise teilweise endständig mit Alkylgruppen mit vorzugsweise 1 bis 5 C-Atomen blockiert.

Die Herstellung solcher endständig blockierten Tenside geschieht in an sich bekannter Weise, so z.B. durch Umsetzung der Alkylenoxidanlagerungsprodukte mit Thionylchlorid und nachfolgende Umsetzung der entstandenen Chlorverbindung mit einem Fettalkohol oder kurzkettigen Alkohol.

Bei den aliphatischen Monoalkoholen handelt es sich z.B. um wasserunlösliche Monoalkohole mit vorzugsweise 8 bis 22 Kohlenstoffatomen. Diese Alkohole können gesättigt oder ungesättigt und verzweigt oder geradkettig sein und können allein oder im Gemisch eingesetzt werden. Es können natürliche Alkohole wie z.B. Myristylalkohol, Cetylalkohol, Stearylalkohol oder Oleylalkohol oder synthetische Alkohole wie insbesondere 2-Ethylhexanol, ferner Trimethylhexanol, Trimethylnonylalkohol, Hexadecylalkohol oder lineare primäre Alkohole mit durchschnittlichen Kohlenstoffatomzahlen von (8-10), (10-14), (12), (16), (18) oder (20-22) mit dem Alkylenoxid umgesetzt werden.

Weitere aliphatische Alkohole, die mit Alkylenoxid umgesetzt werden können, sind 3- bis 6-wertige Alkanole. Diese enthalten 3 bis 6 Kohlenstoffatome und sind insbesondere Glycerin, Trimethylolpropan, Erythrit, Mannit, Pentaerythrit und Sorbit. Die 3- bis 6-wertigen Alkohole werden vorzugsweise mit Propylenoxid oder Äthylenoxid oder Gemischen dieser Alkylenoxide umgesetzt.

Als gegebenenfalls substituierte Phenole eignen sich beispielsweise Phenol, o-Phenylphenol oder Alkylphenole, deren Alkylrest 1 bis 16, vorzugsweise 4 bis 12 Kohlenstoffatome aufweist. Beispiele dieser Alkylphenole sind p-Kresol, Butylphenol, Tributylphenol, Octylphenol, und besonders Nonylphenol.

Die Fettsäuren weisen vorzugsweise 8 bis 12 Kohlenstoffatome auf und können gesättigt oder ungesättigt sein, wie z.B. die Caprin-, Laurin-, Myristin-, Palmitin- oder Stearinsäure bzw. die Decen-, Dodecen-, Tetradecen-, Hexadecen-, Oel-, Linol-, Linolen- oder vorzugsweise Rizinsäure.

Als nichtionogene Tenside seien beispielsweise genannt:

- Anlagerungsprodukte von vorzugsweise 1 bis 30 Mol Alkylenoxiden, insbesondere Äthylenoxid, wobei einzelne Äthylenoxideinheiten durch substituierte Epoxide, wie Styroloxid und/oder Propylenoxid, ersetzt sein können, an höhere ungesättigte oder gesättigte Fettalkohole, Fettsäuren, Fettamine oder Fettamide mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder an Phenylphenol oder Alkylphenole, deren Alkylreste mindestens 4 Kohlenstoffatome aufweisen;

- Alkylenoxid-, insbesondere Äthylenoxid- und/oder Propylenoxid-Kondensationsprodukte;

- Umsetzungsprodukte aus einer 8 bis 22 Kohlenstoffatome aufweisenden Fettsäure und einem primären oder sekundären, mindestens eine Hydroxyniederalkyl- oder Niederalkoxyniederalkylgruppe aufweisenden Amin oder Alkylenoxid-Anlagerungsprodukte dieser hydroxyalkylgruppenhaltigen Umsetzungsprodukte, wobei die Umsetzung so erfolgt, dass das molekulare Mengenverhältnis zwischen Hydroxyalkylamin und Fettsäure 1:1 und grösser als 1, z.B. 1,1:1 bis 2:1 sein kann,

- Anlagerungsprodukte von Propylenoxid an einen drei- bis sechswertigen aliphatischen Alkohol von 3 bis 6 Kohlenstoffatomen, z.B. Glycerin oder Pentaerythrit, wobei die Polypropylenoxidaddukte ein durchschnittli-

ches Molekulargewicht von 250 bis 1800, vorzugsweise 400 bis 900, aufweisen, und

- Ester von Polyalkoholen, insbesondere Mono- oder Diglyceride von Fettsäuren mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, z.B. Monoglyceride der Laurin-, Stearin- oder Oelsäure.

Gut geeignete nichtionogene Tenside sind Anlagerungsprodukte von 2 bis 15 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Fettalkohol oder Fettsäure mit jeweils 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder an 1 Mol Alkylphenol mit insgesamt 4 bis 12 Kohlenstoffatomen im Alkylteil oder Fettsäuredialkanolamide mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Fettsäurerest.

Bevorzugte nichtionogene Tenside weisen einen niedrigen Trübungspunkt auf, d.h. einen solchen, der in Wasser nicht mehr bestimmbar ist.

Die anionischen Tenside der Komponente (c) sind vorzugsweise Derivate von Alkylenoxidaddukten, wie z.B. saure, Äthergruppen oder vorzugsweise Estergruppen von anorganischen oder organischen Säuren enthaltende Anlagerungsprodukte von Alkylenoxiden, besonders Äthylenoxid und/oder Propylenoxid oder auch Styroloxid an aliphatische Kohlenwasserstoffreste mit insgesamt mindestens 4 Kohlenstoffatomen aufweisende organische Hydroxyl-, Carboxyl-, Amino und/oder Amidverbindungen bzw. Mischungen dieser Stoffe. Diese sauren Äther oder Ester können als freie Säuren oder als Salze, z.B. Alkalimetall-, Erdalkalimetall-, Ammonium- oder Aminsalze, vorliegen.

Die Herstellung dieser anionischen Tenside erfolgt nach bekannten Methoden, indem man z.B. an die genannten organischen Verbindungen mindestens 1 Mol, vorzugsweise mehr als 1 Mol, z.B. 2 bis 60 Mol, Äthylenoxid oder Propylenoxid oder alternierend in beliebiger Reihenfolge Äthylenoxid oder Propylenoxid anlagert und anschliessend die Anlagerungsprodukte veräthert bzw. verestert und gegebenenfalls die Äther bzw. die Ester in ihre Salze überführt. Als Grundstoffe kommen höhere Fettalkohole, d.h. Alkanole oder Alkenole je mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen, zwei- bis sechswertige aliphatische Alkohole von 2 bis 9 Kohlenstoffatomen, alicyclische Alkohole, Phenylphenole, Benzylphenole, Alkylphenole mit einem oder mehreren Alkylsubstituenten, der bzw. die zusammen mindestens 4 Kohlenstoffatome aufweisen, Fettsäuren mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen, Amine, die aliphatische und/oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffreste von mindestens 8 Kohlenstoffatomen aufweisen, besonders derartige Reste aufweisende Fettamine, Hydroxyalkylamine, Hydroxyalkylamide und Aminoalkylester von Fettsäuren oder Dicarbonsäuren und höher alkylierter Aryloxy-carbonsäuren in Betracht.

Beispielsweise kommen als anionische Tenside in Frage:

- sulfatierte aliphatische Alkohole, deren Alkylkette 8 bis 18 Kohlenstoffatome aufweist, z.B. sulfatierter Laurylalkohol;

- sulfatierte ungesättigte Fettsäuren oder Fettsäureniederalkylester, die im Fettrest 8 bis 20 Kohlenstoffatome aufweisen, z.B. Rizinolsäure und solche Fettsäuren enthaltende Öle, z.B. Rizinusöl;

- Alkansulfonate, deren Alkylkette 8 bis 20 Kohlenstoffatome enthält, z.B. Dodecylsulfonat;

- Alkylarylsulfonate mit geradkettiger oder verzweigter Alkylkette mit mindestens 6 Kohlenstoffatomen, z.B. Dodecylbenzolsulfonate oder 3,7-Diisobutyl-naphthalinsulfonate;

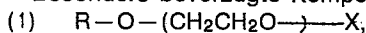
- Sulfonate von Polycarbonsäureestern, z.B. Dioctylsulfosuccinate oder Sulfosuccinamide;

- die als Seifen bezeichneten Alkalimetall- Ammonium- oder Aminsalze von Fettsäuren mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, z.B. Kolophoniumsalze;

- die mit einer organischen Dicarbonsäure wie z.B. Maleinsäure, oder Sulfobernsteinsäure, vorzugsweise jedoch mit einer anorganischen mehrbasischen Säure wie o-Phosphorsäure oder Schwefelsäure in einen sauren Ester übergeführten Anlagerungsprodukte von 1 bis 60 Äthylenoxid und/oder Propylenoxid an Fettamine, Fettsäuren oder Fettalkohole je mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen, an Alkylphenole mit 4 bis 16 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette oder an drei- bis sechswertige Alkanole mit 3 bis 6 Kohlenstoffatomen.

Gut geeignete anionische Tenside der Komponente (c) sind saure Ester oder deren Salze eines Polyadduktes von 2 bis 30 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Fettalkohol mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder an 1 Mol eines Phenols, das mindestens eine Benzylgruppe, eine Phenylgruppe oder vorzugsweise eine Alkylgruppe mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen aufweist, wie z.B. Benzylphenol, Dibenzylphenol, Dibenzyl-(nonyl)phenol, o-Phenylphenol, Butylphenol, Tributylphenol, Octylphenol, Nonylphenol, Dodecylphenol oder Pentadecylphenol.

Besonders bevorzugte Komponenten (c) entsprechen der Formel



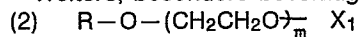
worin R Alkyl oder Alkenyl mit 8 bis 22 C-Atomen, Alkylphenyl mit 4 bis 16 C-Atomen im Alkylteil oder c-Phenylphenyl, X den Säurerest einer anorganischen, Sauerstoff enthaltenden Säure wie z.B. Phosphorsäure oder vorzugsweise Schwefelsäure oder auch den Rest einer organischen Säure und m 2 bis 30, vorzugsweise 2 bis 15 bedeuten. Der Alkylrest im Alkylphenyl befindet sich vorzugsweise in para-Stellung. Die Alkylreste im Alkylphenyl können Butyl, Hexyl, n-Octyl, n-Nonyl, p-ter-Octyl, p-Iso-Nonyl, Decyl oder Dodecyl sein. Bevorzugt sind die Alkylreste mit 8 bis 12 Kohlenstoffatomen, insbesondere die Octyl- oder Nonylreste.

Die Fettalkohole zur Herstellung der anionischen Tenside der Formel (1) sind z.B. solche mit 8 bis 22, insbesondere 8 bis 18 Kohlenstoffatomen, wie Octyl-, Decyl-, Lauryl-, Tridecyl-, Myristyl-, Cetyl-, Stearyl-, Oleyl-, Arachidyl- oder Behenylalkohol.

Der Säurerest X leitet sich beispielsweise von niedermolekularen Dicarbonsäuren ab, wie z.B. von Maleinsäure, Malonsäure, Bernsteinsäure oder Sulfobernsteinsäure, und ist über eine Esterbrücke mit dem Äthylenoxiteil des Moleküls verbunden. Insbesondere leitet sich X jedoch von anorganischen mehrbasischen Säuren, wie Orthophosphorsäure und insbesondere Schwefelsäure ab. Der Säurerest X kann in Salzform, d.h.

z.B. als Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatz, vorliegen. Beispiele für solche Salze sind Lithium-, Natrium-, Kalium-, Ammonium-, Trimethylamin-, Aethanolamin-, Diäthanolamin- oder Triäthanolaminsalze.

Weitere, besonders bevorzugte Komponenten (c) entsprechen der Formel



5 worin R Alkyl oder Alkenyl mit 8 bis 22 C-Atomen, X_1 einen Carboxy- C_1 - C_3 -Alkyl, wie Carboxymethyl-, Carboxyethyl oder Carboxypropyl und m 2 bis 30, vorzugsweise 2 bis 5 bedeuten.

Die Komponenten (c) der Formel (2) werden in an sich bekannter Weise hergestellt, so z.B. durch Umsetzung eines Fettalkoholethoxylates mit einer halogenierten niederen Carbonsäure (C_2 - C_4) in Gegenwart von z.B. Natronlauge. Sie können auch in Form ihrer Salze, z.B. als Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatz zur Anwendung gelangen. Beispiele für solche Salze sind Lithium-, Natrium-, Kalium-, Ammonium-, Trimethylamin-, Ethanolamin-, Diethanolamin- oder Triethanolaminsalze. Die Natriumsalze sind bevorzugt.

Die neuen Hilfsmittelgemische können durch einfaches Verrühren der genannten Komponenten (a), (b), (c) und (d), gegebenenfalls unter Kühlung hergestellt werden. Die Komponenten (a) und (c) können dabei bereits in Form ihrer Salze vorliegen. Die Herstellung erfolgt vorzugsweise dadurch, dass man der vorgelegten Komponente (a) die Komponenten (b) und (c) unter Rühren zugibt, die entstandene Mischung unter Kühlung mit der wässrigen Lösung der Komponente (d) versetzt und gegebenenfalls noch deionisiertes Wasser zugibt.

Das erfindungsgemässe Textilhilfsmittel enthält mit Vorteil, bezogen auf das gesamte Gemisch,

5 bis 45 Gew.-% der Komponente (a),

3 bis 27 Gew.-% der Komponente (b),

20 0,8 bis 7 Gew.-% der Komponente (c),

1,2 bis 19 Gew.-% der Komponente (d) und

2 bis 90 Gew.-% deionisiertes Wasser.

Die neuen Textilhilfsmittel stellen lagerstabile, hartwasserbeständige wässrige Formulierungen dar, welche sich insbesondere zum Netzen und Entlüften von Fasermaterialien eignen.

25 Gegenstand der vorliegenden Anmeldung ist demnach auch ein Verfahren zum Netzen und Entlüften von Fasermaterialien. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass man diese Materialien in Gegenwart des erfindungsgemässen Textilhilfsmittels in wässrigem Medium behandelt.

Die Einsatzmengen, in denen das erfindungsgemässe Textilhilfsmittel den Behandlungsflotten zugesetzt wird, betragen zwischen 0,1 und 20, vorzugsweise 0,5 und 10 g pro Liter Behandlungsflotte. Diese Flotte kann noch weitere Zusätze enthalten, z.B. Entschlichtungsmittel, Farbstoffe, optische Aufheller, Kunstharze und Alkalien wie Natriumhydroxid.

Als Fasermaterialien kommen in Betracht:

Cellulose insbesondere unvorbehandelte natürliche Cellulose wie z.B. Hanf, Leinen, Jute, Zwellwolle, Viskose, Azetatrayon, native Cellulosefasern und besonders Rohbaumwolle, Wolle, Polyamid-, Polyacrylnitril- oder Polyesterfasermaterialien sowie Fasermischungen, z.B. solche auf Polyacrylnitril/Baumwolle oder Polyester/Baumwolle.

Das zu behandelnde Fasermaterial kann in den verschiedensten Verarbeitungsstufen vorliegen, so z.B. das cellulosehaltige Material als loses Material, Garn, Gewebe oder Gewirke. Hierbei handelt es sich also in der Regel stets um textile Fasermaterialien, die aus reinen textilen Cellulosefasern oder aus Gemischen aus textilen Cellulosefasern mit textilen Synthesefasern hergestellt werden. Das Fasermaterial kann kontinuierlich oder diskontinuierlich in wässriger Flotte behandelt werden.

Die wässrigen Behandlungsflotten können in bekannter Weise auf die Fasermaterialien aufgebracht werden, vorteilhaft durch Imprägnieren am Foulard, wobei die Flottenaufnahme etwa 50 bis 120 Gew.-% beträgt. Das Foulardverfahren kommt insbesondere beim Pad-Steam-Verfahren, dem Pad-Thermofixverfahren sowie Pad-Batch-Verfahren zur Anwendung.

Die Imprägnierung kann bei 20 bis 60°C, vorzugsweise jedoch bei Raumtemperatur, vorgenommen werden. Nach der Imprägnierung und Abquetschung wird das Cellulosematerial gegebenenfalls nach einer Zwischentrocknung, einer Hitzebehandlung, z.B. bei Temperaturen von 95 bis 210°C unterworfen. Beispielsweise kann die Hitzebehandlung nach einer Zwischentrocknung der Ware bei 80 bis 120°C, durch Thermofixieren bei einer Temperatur von 120 bis 210°C, vorzugsweise 140 bis 180°C, durchgeführt werden. Vorzugsweise erfolgt die Hitzebehandlung direkt, d.h. ohne Zwischentrocknung, durch Dämpfen bei 95 bis 120°C, vorzugsweise 100 bis 106°C. Je nach Art der Hitzeentwicklung und des Temperaturbereiches kann die Hitzebehandlung 30 Sekunden bis 10 Minuten dauern. Bei dem Pad-Batch-Verfahren wird die imprägnierte Ware ohne Trocknung aufgerollt und anschliessend gegebenenfalls mit einer Plastikfolie verpackt, und bei Raumtemperatur 1 bis 24 Stunden gelagert.

Die Behandlung der Fasermaterialien kann aber auch in sogenannten langen Flotten bei einem Flottenverhältnis von z.B. 1:3 bis 1:100, vorzugsweise 1:8 bis 1:25 und bei 20 bis 100, vorzugsweise 80 bis 98°C während etwa 1/4 bis 3 Stunden unter Normalbedingungen, d.h. unter atmosphärischem Druck in üblichen Apparaturen, z.B. einem Jigger oder einer Haspelkufe erfolgen. Gegebenenfalls kann aber auch die Behandlung bei 150°C, vorzugsweise 105 bis 140°C unter Druck in sogenannten Hochtemperatur-Apparaturen (HT-Apparaturen) durchgeführt werden.

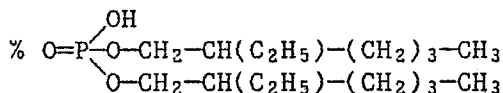
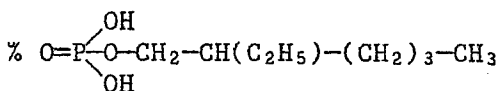
Anschliessend werden die Fasermaterialien, wenn es das Verfahren verlangt, mit heissem Wasser von etwa 90 bis 98°C und dann mit warmem und zuletzt mit kaltem Wasser gründlich gespült, gegebenenfalls neutralisiert und hierauf vorzugsweise bei erhöhten Temperaturen entwässert und getrocknet.

65 Als wesentlichste Vorteile der erfindungsgemässen Textilhilfsmittel sind neben deren ausgezeichneten

Netzwerkung, ihre gute Hartwasserbeständigkeit und Schaumarmut bei der Anwendung zu verzeichnen.
In den nachfolgenden Beispielen beziehen sich Prozente stets auf das Gewicht.

Beispiel 1: Herstellung einer Komponente (a)

In einem Reaktionskolben werden 781,0 g 2-Ethylhexanol vorgelegt und unter Rühren 264,0 g P_2O_5 innerhalb von 120 Minuten bei einer Temperatur von 25-30°C eingerührt. Die erhaltene schwach trübe Reaktionsmasse wird noch während 3 Stunden weitergerührt. Man erhält ein Produkt das aus



besteht.

Beispiel 2: Herstellung eines erfindungsgemässen Textilhilfsmittels

In einem Gefäss werden 312,5 g der gemäss Beispiel 1 hergestellten Komponente (a) vorgelegt und nacheinander unter Rühren 225 g eines teilweise endständig mit einer Methylgruppe blockierten Anlagerungsproduktes von 5 Mol Ethylenoxid und 8 Mol Propylenoxid an 1 Mol eines C_9 - C_{11} -Alkanols als Komponente (b) und 50 g des Natriumsalzes des endständig mit der Carboxymethylgruppe blockierten Anlagerungsproduktes von 2,5 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Laurylalkohol als Komponente (c) zugegeben. Nach abgeschlossener Zugabe wird noch einige Minuten lang weitergerührt und dann werden unter Kühlung und Rühren 187,5 g 30%-ige Natronlauge und anschliessend 225 g deionisiertes Wasser zugegeben. Die erhaltene Mischung weist einen pH von 8 auf.

Verfährt man wie oben angegeben, verwendet jedoch die nachstehend aufgeführten Komponenten a), b) und c), in den in Tabelle I angegebenen Mengen, so erhält man gleichwertige Textilhilfsmittel.

Komponente a)

(AA) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol P_2O_5 und 3 Mol 2-Ethylhexanol bestehend aus 38 % Monoester und 62 % Diester;

(AB) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol P_2O_5 und 3 Mol Hexanol;

(AC) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol P_2O_5 und 3 Mol Decylalkohol (z.B. Victawet®58-B) und

(AD) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol P_2O_5 und 3 Mol eines technischen C_9 - C_{11} -Alkanols.

Komponente b)

(BA) Modifizierter polyethoxylierter geradkettiger Alkohol (z.B. Ukanil®190);

(BB) Addukt aus 1 Mol Nonylphenol und 2 Mol Ethylenoxid;

(BC) Addukt aus 1 Mol des technischen C_9 - C_{11} -Alkanols, 5 Mol Ethylenoxid und 4 Mol Propylenoxid (z.B. Marlox®FK 4);

(BD) Blockpolymer aus 30 Mol Propylenglykol und 4,5 Mol Ethylenoxid (z.B. Pluronic®C 61) und

(BE) Propoxiliertes Glycerin mit einem Mol.Gew. von 4200

Komponente c)

(CA) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Laurylalkohol, 2,5 Mol Ethylenoxid und 1 Mol Chloressigsäure (z.B. Akypo®RLM 25);

(CB) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Laurylalkohol, 5 Mol Ethylenoxid und 1 Mol Chloressigsäure (z.B. Sandopan®DTC);

(CC) Na-Lauryltriglykolethersulfat;

(CD) Phosphorsäureester des Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Nonylphenol und 9,5 Mol Ethylenoxid;

(CE) Dinatrium-lauryl-sulfosuccinamat;

(CF) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Nonylphenol, 7 Mol Ethylenoxid und 1 Mol Chloressigsäure und

(CG) Ammoniumsalz des sauren Schwefelsäureesters des Adduktes aus 1 Mol Nonylphenol und 2 Mol Ethylenoxid.

Tabelle I

Komponente	Textilhilfsmittel								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
AA	29	29	29	29				29	29
AB					29				
AC						29			
AD							29		
BA	21	21				21			
BB			21				21		21
BC				21					
BD					21				
BE								21	
CA	5								
CB		5				5			
CC			5		5				
CD							5		
CE								10	
CF				5					
CG									10
Natronlauge (30 %)	17,5	17,5	17,5	17,5	19,0	11,0	13,0	17,5	17,5
Wasser	27,5	27,5	27,5	27,5	26,0	34,0	32,0	22,5	22,5
	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Beispiel 3:

Ein rohes, mit Stärke geschlichtetes Baumwollgewebe wird mit einer Entschlichtungsflotte imprägniert, die im Liter

2 g des gemäss Beispiel 2 hergestellten Textilhilfsmittels,

4 g einer stabilisierten Bakterienamylase und

3 g NaCl

enthält und eine Calciumwasserhärte von 10° dH aufweist und durch Abquetschen auf eine Flottenaufnahme von 100 % gebracht. Das imprägnierte Gewebe wird aufgerollt, mit einer Plastikfolie luftdicht verpackt und während 24 Stunden bei Raumtemperatur (15-25°C) gelagert. Das Gewebe wird anschliessend zuerst mit heissem, 4 g/l festes NaOH enthaltendem Wasser (90-98°C) gewaschen, dann mit warmem und zuletzt mit kaltem Wasser gespült, neutralisiert und getrocknet.

Der nach der TEGEWA-Violettskala gemessene Entschlichtungsgrad beträgt Note 1 für das Rohgewebe und Note 7 für das mit dem erfindungsgemässen Hilfsmittel, gemäss Beispiel 1, behandelte Gewebe.

Verwendet man bei sonst gleichen Bedingungen ein anionaktives Waschmittel z.B. das Di-natriumsalz der 1-Benzyl-2-heptadecyl-benzimidazol-disulfonsäure anstelle des erfindungsgemässen Hilfsmittels, so beträgt der Entschlichtungsgrad die Note 5 (Bereich der Skala 1-9).

Beispiel 4:

In einem Jet mit 3000 l Fassungsvermögen werden 600 l Wasser (5° dH) und 121 kg Rohbaumwoll-Tricot vorgelegt und auf 60°C aufgeheizt. Dann werden 0,7 ml/l des gemäss Beispiel 2 hergestellten Textilhilfsmittels zugesetzt und der Tricot während 10 Minuten vorgeätzt. Dabei tritt kein störender Schaum auf. Anschliessend werden nacheinander 0,5 ml/l eines Peroxidstabilisators, z.B. eine Mischung aus Natriumgluconat, Magnesiumchlorid und einem Gemisch von oligomeren Esterkondensaten der 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure 1,0 ml/l Natronlauge 45° Bé und 2,0 ml/l Wasserstoffperoxid 35 % zugesetzt und das Bad innerhalb 30 Minuten auf 90°C aufgeheizt. Bei dieser Temperatur wird während 45 Minuten gebleicht. Man lässt abkühlen und gibt dem Bad 3 g/l eines Reduktionsmittels, zur Zerstörung von Restsauerstoff zu und behandelt 15 Minuten lang. Das Bad wird abgelassen und das Färbebad eingefüllt. Die Vorbehandlung ergab ein gutes Basisweiss für die anschliessende Pastellfärbung.

Beispiel 5:

Ein Gewebe aus Polyester/Baumwolle 65/35 von 200 g/m² wurde auf einer Steepmaster-Kontinuebleichanlage gebleicht. Das mit einer Mischschlichte versehene Material wurde entschlichtet, gespült und nass-in-nass mit einem Bleichbad folgender Zusammensetzung imprägniert:

2 ml/l des gemäss Beispiel 2 hergestellten Textilhilfsmittels

8 ml/l einer Zusammensetzung aus Esterkondensaten der 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, Alkaliglucolat und Magnesiumchlorid

15 ml/l Natronlauge 50° Bé

36 ml/l H₂O₂ (50 %)

Das so imprägnierte Material durchläuft während 20 Minuten ein auf 60°C aufgeheiztes Bleichbad folgender Zusammensetzung:

2 ml/l des gemäss Beispiel 2 hergestellten Textilhilfsmittels

8 ml/l einer Zusammensetzung aus Esterkondensaten der 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, Alkaliglucolat und Magnesiumchlorid

10,5 ml/l Natronlauge 50 %

18,0 ml/l H₂O₂ (50 %).

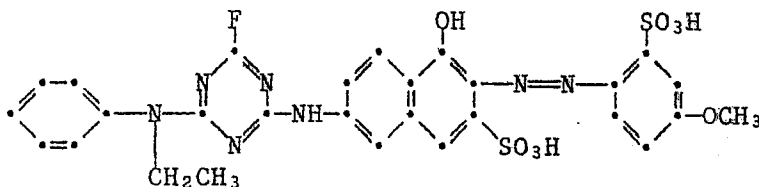
Nach dieser Behandlung, die ohne Schaumentwicklung durchgeführt werden kann, wird das Gewebe abgequetscht und anschliessend 2 Minuten mit Sattedampf gedämpft. Nachher wird gründlich heiss und kalt gespült. Das so behandelte Material weist einen Weissgrad (Figer 46) von 85 % auf, gemessen mit dem Elrepho-Gerät. Der DP-Wert der behandelten Ware betrug 2500, der Schädigungsfaktor s nach Eisenhut: 0,1, d.h. ungeschädigt.

Beispiel 6:

Ein rohes, geschlichtetes Baumwollgewebe von 208 g/m² wird mit einer Flotte, die im Liter 100 ml Natronlauge von 36° Bé enthält, imprägniert und auf eine Flottenaufnahme von 60 % abgequetscht. Anschliessend wird 10 Minuten lang mit Sattedampf bei 101°C gedämpft und danach heiss und kalt gespült. Anschliessend wird getrocknet und der CIBA-GEIGY-Weissgrad bestimmt, der -25 beträgt, (der des rohen, unbehandelten Gewebes -67). Gibt man dieser Flotte jedoch 10 g/l des gemäss Beispiel 2 hergestellten Textilhilfsmittels zu, so erhöht sich die Flottenaufnahme auf 95 % und der Weissgrad des behandelten Gewebes hat den Wert von +15.

Beispiel 7:

Ein rohes Baumwollgewirke mit einem Flächengewicht von 285 g/m² wird auf einem Foulard bei 25°C mit einer Flotte, die im Liter 50 g des Farbstoffes der Formel



5 g des gemäss Beispiel 2 hergestellten Textilhilfsmittels

15 ml Natriumhydroxidlösung (30 %) und

75 ml Natronwasserglaslösung mit 26,3-27,7 % Silikatgehalt, enthält, imprägniert, worauf bei einer Tauchzeit von 1,0 Sekunden bei 2 Passagen und einem Walzendruck von 1,5 bar/cm² eine Flottenaufnahme von 83 % (berechnet auf das Trockengewicht des Substrates) erzielt wird. Hiernach wird das Gewirke aufgerollt und 6 Stunden bei 25°C gelagert. Alsdann wird das Gewirke gespült und 20 Minuten bei Kochtemperatur mit einem nicht-ionogenen Waschmittel (0,5 g/l des Additionsproduktes von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol) in einem Flottenverhältnis von 1:40 nachgewaschen. Anschliessend wird das Substrat nochmals gespült und getrocknet.

Man erhält eine farbstärke und brillante rote Färbung, die sich besonders durch ein ruhiges Warenbild auszeichnet.

Patentansprüche

1. Lagerstabiles, hartwasserbeständiges, wässriges Textilhilfsmittel, dadurch gekennzeichnet, dass es mindestens

(a) einen Phosphorsäureester,

- (b) ein nicht-ionogenes Tensid,
- (c) ein anionisches Tensid und
- (d) ein Alkalimetallhydroxyd enthält.

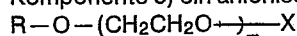
2. Textilhilfsmittel gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente a) ein aus der Umsetzung von 1 Mol P_2O_5 mit 3 Mol eines C_6 - C_{10} -Alkanols gebildeter Teilester ist.

3. Textilhilfsmittel gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente a) in Form eines Salzes vorliegt.

4. Textilhilfsmittel gemäss einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente b) ein nicht-ionogenes Alkylenoxidanlagerungsprodukt von 1 bis 100 Mol Alkylenoxid an 1 Mol eines aliphatischen Monoalkohols mit mindestens 4 C-Atomen ist.

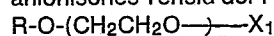
5. Textilhilfsmittel gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente b) ein teilweise endständig, mit C_1 - C_3 -Alkyl blockiertes Anlagerungsprodukt von 1 bis 100 Mol Ethylenoxid und/oder Propylenoxid an 1 Mol eines aliphatischen Monoalkohols mit 8 bis 22 C-Atomen ist.

6. Textilhilfsmittel gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente c) ein anionisches Tensid der Formel



ist, worin R Alkyl oder Alkenyl mit 8 bis 22 C-Atomen, Alkylphenyl mit 4 bis 16 C-Atomen im Alkylteil oder o-Phenylphenyl, X den Säurerest einer anorganischen, Sauerstoff enthaltenden Säure oder den Rest einer organischen Säure und m 2 bis 30 bedeuten, und das Tensid als freie Säure, Natrium- oder Ammoniumsalz vorliegt.

7. Textilhilfsmittel gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (c) ein anionisches Tensid der Formel



ist, worin R Alkyl oder Alkenyl mit 8 bis 22 C-Atomen, X_1 Carboxyalkyl mit 1 bis 3 C-Atomen im Alkylteil und m 2 bis 30 bedeuten.

8. Textilhilfsmittel gemäss einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (a) der Teilester aus der Umsetzung von 1 Mol P_2O_5 und 3 Mol 2-Ethylhexanol, die Komponente (b) teilweise endständig mit einer Methylgruppe blockierte Anlagerungsprodukt von 5 Mol Ethylenoxid und 8 Mol Propylenoxid an 1 Mol eines C_9 - C_{11} -Alkanols und die Komponente (c) das Natriumsalz eines endständig mit einer Carboxymethylgruppe blockierten Anlagerungsproduktes von 2,5 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Laurylalkohol ist.

9. Textilhilfsmittel gemäss einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass es, bezogen auf das Mittel

- 5 bis 45 Gew.% der Komponente (a),
 - 3 bis 27 Gew.% der Komponente (b),
 - 0,8 bis 7 Gew.% der Komponente (c),
 - 1,2 bis 19 Gew.% der Komponente (d) und
 - 2 bis 90 Gew.% deionisiertes Wasser
- enthält.

10. Verwendung des Textilhilfsmittels gemäss einem der Ansprüche 1 bis 9 als Netz- und Entlüftungsmittel für Fasermaterialien.

11. Verfahren zum Netzen und Entlüften von Fasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, dass man diese Materialien in wässrigem Medium in Gegenwart eines wässrigen Hilfsmittelgemisches behandelt, das mindestens

- (a) einen Phosphorsäureteilester,
 - (b) ein nicht-ionogenes Tensid,
 - (c) ein anionisches Tensid und
 - (d) ein Alkalimetallhydroxyd
- enthält.

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass man das Textilhilfsmittel in einer Menge von 0,1 bis 20 g, vorzugsweise 0,5 bis 10 g pro Liter Flotte einsetzt.

13. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 11 und 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Fasermaterial kontinuierlich oder diskontinuierlich in wässriger Flotte behandelt wird.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 87 81 0711

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
X	US-A-4 106 901 (B.J. BISHOP et al.) * Patentansprüche * ----	1,3	D 06 M 1/08 D 06 L 1/14
X	EP-A-0 102 930 (CIBA-GEIGY) * Insgesamt * ----	1,3	
X	DE-A-3 230 101 (SANDOZ) * Seite 4, Zeilen 7-15; Seite 5, Zeilen 5-9; Patentansprüche * ----	1,3,4	
A	DE-A-2 164 235 (HOECHST) * Patentansprüche * ----	1	
A	BE-A- 698 817 (BASF) * Patentansprüche * ----	1	
A	DE-A-2 659 705 (HÜLS) * Patentansprüche * ----	1,2	
A	DE-C- 730 015 (SANDOZ) * Patentansprüche * ----	7	
A	GB-A-1 445 716 (DIVERSEY LTD) * Patentansprüche * -----	5	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)
			D 06 L D 06 M D 06 P C 11 D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 08-03-1988	Prüfer GOLLER P.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			