



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 415 279 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **90116223.0**

51 Int. Cl.⁵: **D06M 13/419, D06M 15/643**

22 Anmeldetag: **24.08.90**

30 Priorität: **01.09.89 DE 3928978**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.03.91 Patentblatt 91/10

84 Benannte Vertragsstaaten:
CH DE ES FR GB IT LI

71 Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
W-6700 Ludwigshafen(DE)

72 Erfinder: **Brueckmann, Ralf, Dr.**
In den Bannzaeunen 17
W-6701 Goennheim(DE)
Erfinder: **Simenc, Toni**
August-Bebel-Strasse 69
W-6800 Mannheim 1(DE)

54 Verwendung von ethoxylierten Fettsäureamiden als Textilweichmacher.

57 Verwendung der Umsetzungsprodukte von Verbindungen der Formel I
 $\text{RCONHC}_2\text{H}_4\text{OH}$ I
in der R einen C_{12} - bis C_{20} -Alkyl- oder Alkenylrest bedeutet,
mit 14 bis 18 mol Ethylenoxid pro Mol I als Textilweichmacher.

EP 0 415 279 A1

VERWENDUNG VON ETHOXYLIERTEN FETTSÄUREAMIDEN ALS TEXTILWEICHMACHER

Die Erfindung betrifft die Verwendung der Umsetzungsprodukte von Verbindungen der Formel I
 $\text{RCONHC}_2\text{H}_4\text{OH}$ I
 in der

R einen C_{12} - bis C_{20} -, vorzugsweise C_{16} - bis C_{20} -, Alkyl- oder Alkenylrest bedeutet,
 5 mit 14 bis 18 mol Ethylenoxid pro Mol I als Textilweichmacher.

Der Rest RCO leitet sich z. B. von der Laurin-, Linolen-, Stearin-, Palmitin-, Talgfett- oder Kokosfettsäure und vorzugsweise von der Ölsäure ab.

Vorzugsweise nimmt man für die Umsetzung der Verbindungen der Formel I 16 mol Ethylenoxid pro Mol I. Die Verbindungen der Formel I sind bekannt, sie können z. B. durch Umsetzung der Säuren der
 10 Formel
 RCOOH

mit Monoethanolamin in an sich bekannter Weise hergestellt werden.

Die Umsetzungsprodukte aus den Verbindungen und Ethylenoxid sind zum Teil ebenfalls bekannt, beispielsweise aus der US-A 2 520 381.

15 Die Umsetzung der Verbindungen der Formel I mit Ethylenoxid erfolgt zweckmäßigerweise so, daß man die Verbindungen I unter erhöhtem Druck (2 bis 10, vorzugsweise 4 bis 8 bar) bei 100 bis 140 °C, vorzugsweise 110 bis 120 °C, portionsweise mit dem Ethylenoxid umsetzt. Als Katalysator wird vorzugsweise Kalium-t-butylat verwendet. Die Umsetzungsprodukte werden dann wie üblich aufgearbeitet.

Einzelheiten der Herstellung können den Beispielen entnommen werden, in denen sich Angaben über
 20 Teile und Prozente, sofern nicht anders vermerkt, auf das Gewicht beziehen.

Die Umsetzungsprodukte aus den Verbindungen I und Ethylenoxid werden als Weichmacher für Textilien, vorzugsweise Gewebe aus Baumwolle, Zellwolle,

Polynosic oder sonstigen Cellulose regeneratfasern, sowie deren Mischungen mit vollsynthetischen Fasern, wie Polyamid-, Polyacrylnitril-, Polyester- oder Cellulose triacetat-Fasern, verwendet.

25 Sie ergeben auf den Textilien einen angenehmen, weichen, fließenden und glatten Warengriff.

Die erfindungsgemäß verwendeten Umsetzungsprodukte sind wasserlöslich und haben einen nichtionogenen Charakter. Diese beiden Eigenschaften sind vorteilhaft für die Verträglichkeit mit Farb- und Ausrüstungsmitteln, die in der Imprägnierflotte verwendet werden, beispielsweise Aminoplast-Vorkondensaten für die Knitterfrei- und Schrumpffestausrüstung, Farbstoffen, Pigmenten und Bindemitteln, optischen Aufhellern,
 30 Hydrophobier-, Egalisier- und Netzmitteln. Insbesondere bei zur Farbaufhellung nach üblichen Methoden nachbehandelten erfindungsgemäßen Produkten tritt bei der Hochveredlung keine Vergilbung auf.

Die Weichmachungsmittel können auf beliebige Weise, z.B. durch Aufsprühen oder Tauchen und Abquetschen (Foulardieren) auf das Textilmaterial aufgebracht werden.

Die Einsatzmengen der erfindungsgemäß verwendeten Produkte können in Abhängigkeit von dem zu
 35 behandelnden Textilgut, von der Menge der zugesetzten Ausrüstungsmittel und von dem gewünschten Weichmachungseffekt in weiten Grenzen variiert werden. Im allgemeinen werden sie bei der Hochveredlung von Baum- und Zellwolltextilien in Mengen von 0,2 - 3 Gew.-%, vorzugsweise 0,6 - 1,5 Gew.-%, bezogen auf das Warengewicht, auf das Textilgut aufgebracht.

Gegenüber bisher üblichen Weichmachern auf Basis von alkoxylierten Fettsäuren haben die erfindungsgemäß verwendeten Produkte bessere Weichmachereigenschaften und zudem noch stabilisierende Wirkung auf Produkte auf Silikonbasis.

Polydimethyl-Siloxanemulsionen werden bekannterweise in der Textilveredlung als ausgezeichnete Weichmacher und Glättungsmittel verwendet; sie werden überwiegend im Foulardverfahren (Tauchen, Abquetschen) auf das Textilgut aufgetragen. Der Nachteil aller handelsüblichen Polysiloxan-Emulsionen ist
 45 jedoch ihre nicht ausreichende Scherstabilität auf den Abquetsch-(Foulard)Walzen. Bei hoher Produktionsgeschwindigkeit bricht die Emulsion durch die starken Scherkräfte der Foulardwalzen zusammen, was zur Ausscheidung des reinen Silikonöls aus der Emulsion führt. Es bildet sich ein Walzenbelag, der irreparable Flecken auf der Ware verursacht.

Durch Abmischen der Polysiloxanemulsionen mit den erfindungsgemäß verwendeten Produkten verbessert sich wesentlich deren Scherstabilität, so daß es dadurch möglich wird, hohe Produktionsgeschwindigkeiten einzustellen. Bezüglich der anwendungstechnischen Eigenschaften erhält man mit den Mischprodukten gleich gute Ergebnisse wie mit den reinen Silikonweichmachern allein, die vergleichsweise hohe Kosten verursachen.

Günstige Mischungen enthalten z.B. 1 - 6 Gew.-Teile Silikonemulsion (Siliziumgehalt 10 - 12 %) und 9 - 4 Gew.-Teile der erfindungsgemäß verwendeten Umsetzungsprodukte.

Anwendungsbeispiele

Beispiel 1

5

Ein Gewebe aus 100 % Baumwolle mit einem Gewicht von etwa 100 g/m² wird in je ein Bad getaucht, das bei den Versuchen a, b, c

10

15

a g/l	b g/l	c g/l	
100	100	100	einer 45 %igen Lösung von N,N'-Dimethylol-4,5-dihydroxy-ethylen-harnstoff,
-	30	-	der 30%igen Lösung vom Umsetzungsprodukt gemäß Beispiel 3,
-	-	30	der 30%igen Lösung vom Umsetzungsprodukt gemäß Beispiel 4,
15	15	15	MgCl ₂ x 6 H ₂ O und
1	1	1	eines Adduktes von 7 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Iso-octylphenol

enthält, anschließend auf dem Foulard auf eine Flottenaufnahme von etwa 80 % abgequetscht, bei 110 ° C getrocknet und danach 5 Min. bei 150 ° C kondensiert.

20

Das gemäß Versuch a) ausgerüstete Gewebe hat einen vollen, rauhen Griff, hingegen fühlen sich die unter b) und c) ausgerüsteten Gewebe angenehm weich, glatt und fließend an.

Beispiel 2

25

Eine PES/Bw 50/50-Mischgewebe mit einem Gewicht von ca. 90 g/m² wird bei den Versuchen a - d jeweils mit einer wäßrigen Flotte getränkt, die

30

35

40

a g/l	b g/l	c g/l	d g/l	
70	70	70	70	einer 45 %igen Lösung von
12	12	12	12	N,N'-Dimethoxymethyl-4,5-dihydroxy-ethylen-harnstoff,
1	1	1	1	MgCl ₂ x 6 H ₂ O,
-	30	-	-	eines Adduktes von 7 Mol Ethylenoxid an 1 Mol
-	-	30	-	Isooctylphenol
-	-	-	30	eines Mischproduktes I,
-	-	-	30	eines Mischproduktes II und
-	-	-	30	einer handelsüblichen 30%igen Emulsion von
-	-	-	30	α-ω-Dihydroxy-polydimethylsiloxan (Si-Gehalt ca. 12 %)

enthält, anschließend wird auf eine Flottenaufnahme von ca. 70 % auf dem Foulard abgequetscht, bei 110 ° C getrocknet und 5 Min. bei 150 ° C kondensiert.

45

Mischprodukt I:

6 Teile 30%ige wäßrige Lösung vom Umsetzungsprodukt, hergestellt nach Beispiel 3, und 4 Teile 30%ige Emulsion vom Silikonweichmacher aus Versuch d).

Mischprodukt II:

5 Teile 30%ige wäßrige Lösung vom Umsetzungsprodukt, hergestellt nach Beispiel 4, und 5 Teile 30%ige Emulsion vom gleichen Silikonweichmacher wie im Versuch d).

Der Unterschied im Warengriff zwischen b, c und d ist nicht erkennbar. Die ausgerüstete Ware fühlt sich in den Versuchen b - d gleich weich an, mit charakteristischer silikonspezifischer Glätte. Dagegen fühlt

sich das nach Versuch a) ausgerüstete Gewebe hart und rau an.

Zur Prüfung der Scherstabilität wurden die Versuchsflotten a - d zuerst mit einem Rührer bei 3000 U/min 10 Min. gerührt. Danach wurde die Walzenbelagsbildung wie folgt geprüft:

Von der Flotte werden 450 ml in das Chassis eines Foulards gegeben. Der Foulard hat zwei horizontal
5 gelagerte Walzen von 9 cm Durchmesser und 15 cm Länge. Der Antrieb erfolgt elektrisch über ein
stufenlos regelbares Getriebe. Der Walzendruck wird über einen Hebelarm von 35 cm Länge eingestellt; am
Ende des Hebelarms hängen etwa 12 kg Bleigewicht. Die Härte der Foulardwalzen beträgt 72° Shore
(Antriebswalze) und 84° Shore Härte (Druckwalze).

Ein endloses Bw-Gewebe von 12 cm Breite und 56 cm Länge läßt man 30 Minuten lang durch die
10 Flotte von unten in das Quetschwerk mit etwa 12 m/min einlaufen. Der Walzenbelag wird visuell bewertet
von 1 (kein Walzenbelag) - 5 (starker Walzenbelag).

Die Flotten, die die Mischprodukte (b + c) enthalten, ergeben keinen Walzenbelag. Die Oberfläche der
Walzen ist glatt und sauber. Die Note 1 bekam auch die Flotte a). Die Flotte d) bekam jedoch die Note 3 -
4; auf den Walzen waren deutlich Silikonablagerungen zu sehen.

15

Herstellungsbeispiele

20 Beispiel 3

325 g (1 Mol) Ölsäuremonoethanolamid werden in einem Autoklaven mit
3,3 g (1 Gew.-%) Kalium-tert.-butylat und
0,3 g (0,1 Gew.-%) phosphoriger Säure versetzt und bei 110 - 120° C portionsweise mit
25 740 g (16 Mol) Ethylenoxid bei einem Druck von 5 - 10 bar umgesetzt. Nach Beendigung der Ethoxylierung
wird nichtumgesetztes Ethylenoxid während 1 h bei 80° C/1 mbar abgezogen (Kontrolle: Preußmann-Test).
Das Ethoxylat wird mit
1915 g Wasser verdünnt und die wäßrige Lösung bei RT mit
6 g (0,07 Mol) Oxalsäure auf einen pH von 6,0 eingestellt.
30 Man erhält ca. 2960 g 35 %ige Lösung.

Beispiel 4

35 Man verfährt wie in Beispiel 3, geht jedoch von 243,3 g (1 Mol) Laurinsäuremonoethanolamid aus. Die
abschließende Einstellung auf pH 6 erfolgt im Gegensatz zu Beispiel 3 mit Phosphorsäure. Man erhält ca.
2460 g 40%ige Lösung.

40 **Ansprüche**

1. Verwendung der Umsetzungsprodukte von Verbindungen der Formel I
$$\text{RCONHC}_2\text{H}_4\text{OH} \quad \text{I}$$

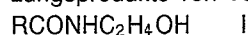
in der R einen C₁₂- bis C₂₀-Alkyl- oder Alkenylrest bedeutet,
45 mit 14 bis 18 mol Ethylenoxid pro Mol I als Textilweichmacher.
2. Umsetzungsprodukte gemäß Anspruch 1, bei denen R von der Ölsäure stammt.
3. Umsetzungsprodukte gemäß Anspruch 1, bei denen die Verbindungen der Formel I mit 16 Mol
Ethylenoxid umgesetzt worden sind.
4. Umsetzungsprodukte gemäß Anspruch 1, hergestellt aus Ölsäureethanolamid und 16 Mol Ethylenoxid.
- 50 5. Umsetzungsprodukte gemäß Anspruch 1, hergestellt mit Kalium-t-butylat als Katalysator bei der Oxeth-
ylierung.
6. Mischungen von Umsetzungsprodukte gemäß Anspruch 1 mit Weichmachern auf Silikonbasis.
7. Mischungen nach Anspruch 6 in Gewichtsverhältnis Umsetzungsprodukt zu Silikonweichmacher von (9
bis 4) zu (1 bis 6).

55

Patentansprüche für folgenden Vertragsstaat: ES

1. Verfahren zur Herstellung von Textilweichmachern, dadurch gekennzeichnet, daß man hierzu Umset-

zungsprodukte von Verbindungen der Formel I



in der R einen C₁₂- bis C₂₀-Alkyl- oder Alkenylrest bedeutet,

mit 14 bis 18 mol Ethylenoxid pro Mol I verwendet.

- 5 2. Verfahren zur Herstellung von Umsetzungsprodukten gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man hierzu von Verbindungen I ausgeht, bei denen R von der Ölsäure stammt.
3. Verfahren zur Herstellung von Umsetzungsprodukten gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Verbindungen I mit 16 Mol Ethylenoxid umsetzt.
4. Verfahren zur Herstellung von Umsetzungsprodukten gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß
10 man Ölsäureethanolamid mit 16 Mol Ethylenoxid umsetzt.
5. Verfahren zur Herstellung von Umsetzungsprodukten gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Kalium-t-butylat als Katalysator bei der Oxethylierung verwendet.
6. Verfahren zur Herstellung von Textilweichmachern, dadurch gekennzeichnet, daß man Umsetzungspro-
dukte gemäß Anspruch 1 mit Weichmachern auf Silikonbasis mischt.
- 15 7. Verfahren zur Herstellung von Textilweichmachern nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man Umsetzungsprodukt und Silikonweichmacher im Gewichtsverhältnis (9 bis 4) zu (1 bis 6) mischt.

20

25

30

35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 90116223.0

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.')
D, Y	<u>US - A - 2 520 381</u> (CARNES) * Gesamt *	1, 3	D 06 M 13/419 D 06 M 15/643
Y	<u>DE - A - 2 136 673</u> (HENKEL & CIE GMBH) * Ansprüche *	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.')
			D 06 M C 11 D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort WIEN		Abschlußdatum der Recherche 04-12-1990	
		BECK Prüfer	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN 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			