

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 512 759 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
09.03.2005 Patentblatt 2005/10

(51) Int Cl.7: **C14C 9/02**

(21) Anmeldenummer: **03017794.3**

(22) Anmeldetag: **04.08.2003**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK

- **Götz, Ottmar**
83646 Wackersberg (DE)
- **Palissa, Manfred, Dr.**
82538 Geretsried (DE)

(71) Anmelder: **Dr. Th. Böhme KG Chem. Fabrik GmbH
& Co.**
82538 Geretsried (DE)

(74) Vertreter: **Störle, Christian, Dr. et al**
Geyer, Fehners & Partner,
Perhamerstrasse 31
80687 München (DE)

(72) Erfinder:
• **Breitsamer, Michael, Dr.**
82538 Geretsried (DE)

(54) **Zusammensetzung zur Behandlung von Leder**

(57) Beschrieben wird eine Zusammensetzung zur Behandlung von Leder, umfassend a) 20 Gew.-% bis 30 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, eines Phosphorsäureestergemisches, erhältlich durch Umsetzung von Phosphatierungsmittel mit einem Gemisch, umfassend α,ω -Dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxan mit einer Viskosität bei 25°C von 200 mPas bis 20 000 mPas und/oder α,ω -Dihydroxyalkyl-poly-C1-C4-alkylsiloxan mit einer Viskosität von 40 mPas bis 300 mPas so-

wie weiterhin C10-C40-Alkohol und/oder C10-C40-Alkohol mit 0,5 bis 10 mol von Alkylenoxid abgeleiteten Einheiten, und b) 20 Gew.-% bis 35 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Öl und/oder Wachs. Ferner betrifft die Anmeldung die Herstellung dieser Zusammensetzung sowie deren Verwendung zum Hydrophobieren und/oder Weichmachen von Leder.

EP 1 512 759 A1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine Zusammensetzung zur Behandlung von Leder, ein Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung zum Hydrophobieren und/oder Weichmachen von Leder.

[0002] Es ist bekannt, daß durch das Einbringen hochmolekularer organischer Substanzen, wie z.B. Wachse, Paraffine und Fettderivate in Leder, durch Imprägnierung bzw. durch Anwendung in wäßriger Flotte, eine Hydrophobierung bei Leder erreicht wird.

[0003] Häufig reicht die Hydrophobierung herkömmlicher Hydrophobierungsmittel jedoch nicht aus. Nachteilig ist oft auch die Anwendung unter Mitverwendung von Lösungsmitteln, wie Chlorkohlenwasserstoffe, Butylacetat, Benzin, was aus Arbeitsschutzgründen und unter Umweltaspekten problematisch ist. Mitunter ist die Anwendung in wäßriger Flotte gar nicht möglich, z.B. bei der Walkfettung. Die Verwendung derartiger Fettgemische führt oft dazu, daß die tragehygienischen Eigenschaften, z.B. die Atmungsaktivität, der damit hergestellten Leder schlecht ist.

[0004] Wasserlösliche hydrophobierende Fettungsmittelformulierungen enthalten die hydrophobierenden Komponenten in einer Wasserphase emulgiert bzw. dispergiert. Viele der dafür verwendeten Emulgatoren wirken aufgrund ihrer hydrophilen Molekülteile einer Wasserabstoßung entgegen, was zu einer ungenügenden Hydrophobierung des Leders führt.

[0005] Seit langem werden auch Silikonöle ohne bzw. mit funktionellen Gruppen, wie OH-, Carboxy- und Amino-Gruppen sowie halogensubstituierte Polymere, wie z.B. Fluorcarbonverbindungen verwendet. Diese haben den Nachteil, daß sie häufig lösungsmittelhaltig sind bzw. selbst in Lösungsmitteln appliziert werden müssen. Auch reichen die erforderlichen Wasserdichtigkeiten der damit hergestellten Leder oft nicht aus.

[0006] Vielfach werden heute fettende Polyacrylate verwendet. Diese bewirken eine hydrophobierende und gleichzeitig weichmachende Wirkung. Gesteigert wird deren Wirkung durch zusätzliche Verwendung von Silikonölen bzw. funktionellen Silikonölen im Lederbehandlungsmittel (EP 1 087 021 A1). Nachteil dieser Fettungsmittel ist, daß die damit hergestellten Leder viel zu weich sind, den typischen "gummiartigen" Griff acrylatbasierender Fettungsmittel bewirken und somit für bestimmte Anwendungsbereiche, z.B. für standige Schuhoberleder, nicht bzw. nur anteilmäßig verwendet werden können.

[0007] Der vorliegenden Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein in wäßriger Flotte einsetzbares Lederbehandlungsmittel bereitzustellen, das zum Hydrophobieren und/oder Weichmachen von Leder ohne die Nachteile aus dem Stand der Technik eingesetzt werden kann.

[0008] Erfindungsgemäß wird dies erreicht durch eine Zusammensetzung zur Behandlung von Leder, umfassend

a) 20 Gew.-% bis 30 Gew.-%, vorzugsweise etwa 25 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, eines Phosphorsäureestergemisches erhältlich durch Umsetzung von Phosphatierungsmittel mit einem Gemisch, enthaltend α, ω -Dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxan mit einer Viskosität bei 25° C von 200 mPas bis 20 000 mPas und/oder α, ω -Dihydroxyalkyl-poly-C1-C4-alkylsiloxan mit einer Viskosität von 40 mPas bis 300 mPas sowie weiterhin C10-C40-Alkohol und/oder C10-C40-Alkohol mit 0,5 bis 10 mol, insbesondere etwa 3,5 mol, von Alkylenoxid abgeleiteten Einheiten (im weiteren als C10-C40-Alkoholpolyglykolether bezeichnet), und

b) 20 Gew.-% bis 35 Gew.-%, vorzugsweise 25 Gew.-% bis 30 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Öl und/oder Wachs.

[0009] In der erfindungsgemäßen Zusammensetzung wird das Reaktionsprodukt aus der Umsetzung von Phosphatierungsmittel mit den vorgenannten OH-Komponenten Siloxan sowie weiterhin Alkohol und/oder Alkoholpolyglykolether eingesetzt, d.h. es liegt ein Phosphorsäureestergemisch in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung vor. Unter einem Phosphatierungsmittel im Sinne der vorliegenden Erfindung wird jedes Mittel verstanden, das mit den OH-Komponenten zur Ausbildung von Phosphorsäureestern fähig ist. Vorzugsweise ist das Phosphatierungsmittel P_2O_5 , mit dem die Phosphatierungsreaktion in besonders günstiger, einfacher und schneller Weise durchgeführt werden kann. Die Phosphorsäureester sind

[0010] insbesondere von der ortho-Phosphorsäure abgeleitet. Es kann sich um Mono-, Di- und Triester handeln.

[0011] Bei den zur Umsetzung mit dem Phosphatierungsmittel eingesetzten OH-Komponenten handelt es sich um ein Gemisch, das die vorstehend näher beschriebenen Siloxane und weiterhin entweder einen C10-C40-Alkohol oder einen C10-C40-Alkoholpolyglykolether oder sowohl einen C10-C40-Alkohol als auch einen C10-C40-Alkoholpolyglykolether aufweist.

[0012] Das Phosphorsäureestergemisch der erfindungsgemäßen Zusammensetzung kann, wie vorstehend beschrieben, durch Phosphatierung eines Gemisches der vorgenannten OH-Komponenten hergestellt werden. Es ist aber auch möglich, in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung die jeweils mit den jeweiligen OH-Komponenten separat hergestellten Phosphorsäureester einzusetzen.

[0013] In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Zusammensetzung ist das α, ω -Dihydroxypo-

ly-C1-C4-alkylsiloxan die Verbindung α,ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan, mit dem eine hinsichtlich ihrer Eigenschaften, insbesondere hinsichtlich des Hydrophobierens und des Weichmachens, besonders vorteilhafte erfindungsgemäße Zusammensetzung erhalten wird. Vorzugsweise beträgt die Viskosität des Siloxans etwa 500 mPas. Siloxane mit dieser Viskosität ergeben, insbesondere hinsichtlich der Hydrophobierwirkung und den weichmachenden Eigenschaften, be-

[0014] Zur Herstellung des in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung vorliegenden Phosphorsäureestergemisches können in der Phosphatierungsreaktion mehrere, voneinander verschiedene C10-C40-Alkohole verwendet werden. Insbesondere kann es sich um primäre Alkohole handeln. Beispiele der Alkohole sind (i) ungesättigte, insbesondere einfach ungesättigte, C12-C20-Fettalkohole, insbesondere Cetylalkohol und Oleylalkohol, oder Gemische von 2 oder mehreren dieser, beispielsweise ein Gemisch von Cetylalkohol und Oleylalkohol in Verhältnis 1:1, (ii) verzweigte oder unverzweigte gesättigte C20-C40-Alkohole, beispielsweise C30-C38 Guerbet-Alkohol, und (iii) gesättigte C10-C18-Alkohole oder Gemische von 2 oder 3 der Alkohole (i) bis (iii).

[0015] Bei den C10-C40-Alkoholpolyglykolethern handelt es sich vorzugsweise um solche, die von den vorstehend näher beschriebenen C10-C40-Alkoholen, insbesondere den Alkoholen (i), (ii) und (iii), abgeleitet sind. Die in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung verwendeten Alkoholpolyglykolether weisen 0,5 bis 10 mol von Alkylenoxid abgeleitete Einheiten auf. Als Alkylenoxide können Ethylenoxid, Propylenoxid und Gemische davon eingesetzt werden.

[0016] Ein besonders bevorzugtes Phosphorsäureestergemisch, das in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung eingesetzt werden kann, ist von einem Gemisch der folgenden OH-Komponenten herstellbar:

A Gemisch aus ungesättigten C12-C20-Fettalkoholen, vorzugsweise Cetylalkohol/Oleylalkohol im Verhältnis 1:1, gegebenenfalls ethoxiliert mit 0,5 bis 10 mol Ethylenoxid, vorzugsweise 3,5 mol Ethylenoxid;

B gesättigter verzweigter bzw. unverzweigter C20-C40-Alkohol, vorzugsweise C30-C38 Guerbet-Alkohol;

C gesättigter Fettalkohol mit einer mittleren Kettenlänge C10-C18, und

D α,ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan mit einer Viskosität bei 25°C von 200 mPas bis 20 000 mPas, vorzugsweise 500 mPas.

[0017] Das Gemisch dieser OH-Komponenten A, B, C und D wird mit dem Phosphatierungsmittel, insbesondere P_2O_5 , zu dem in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung vorliegenden Phosphorsäureestergemisch umgesetzt.

[0018] Die Herstellung des in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung verwendeten Phosphorsäureestergemisches kann dadurch erfolgen, das die vorgenannten OH-Komponenten in einem Reaktionsgefäß vorgelegt werden. Sollte bei den OH-Komponenten eine fest sein, ist es gegebenenfalls erforderlich, sie zu schmelzen. Gegebenenfalls kann das Gemisch der vorgelegten OH-Komponenten auf etwa 40°C erwärmt werden. In dieses Gemisch wird das Phosphatierungsmittel, beispielsweise P_2O_5 , eingebracht. Die Phosphatierungsreaktion ist exotherm, die Reaktionstemperatur kann auf 80°C bis 85°C steigen. Steigt sie auf über 85°C, ist es günstig, eine Kühlung durchzuführen. Die Phosphatierungsreaktion kann unter Schutzgasatmosphäre, wie N_2 , durchgeführt werden. Die Reaktionstemperatur für die Phosphatierung kann 70°C bis 80°C betragen. Die Reaktion kann unter Rühren durchgeführt werden. Günstigerweise wird die Reaktion nach Vervollständigung der Phosphorsäureesterbildung abgebrochen. Dies kann nach etwa 5 bis 6 Stunden der Fall sein.

[0019] Das Phosphatierungsmittel P_2O_5 wird günstigerweise bezogen auf die OH-Gruppen der OH-Komponenten in einem molaren Verhältnis von 1:2 bis 1:3 ($n P_2O_5$: n OH-Gruppen) eingesetzt. Dadurch wird ein möglichst vollständiger Umsatz des Phosphatierungsmittels erreicht.

[0020] Die Menge des Siloxans beträgt günstigerweise 50 Gew.-% bis 60 Gew.-%, bezogen auf das in der Phosphatierungsreaktion eingesetzte Gemisch der OH-Komponenten. Den Rest auf 100 Gew.-%, bezogen auf das in der Phosphatierungsreaktion eingesetzte Gemisch der OH-Komponenten, kann dann der C10-C40-Alkohol und/oder C10-C40-Alkoholpolyglykolether bilden. Wird das vorstehende Gemisch aus den OH-Komponenten A, B, C und D eingesetzt, kann es 30 Gew.-% bis 40 Gew.-% A, 5 Gew.-% bis 10 Gew.-% B, 2 Gew.-% bis 4 Gew.-% C und 50 Gew.-% bis 60 Gew.-% D aufweisen, wobei die Mengenangaben auf das Gemisch der OH-Komponenten bezogen sind.

[0021] Als Öl und Wachs kommt vorzugsweise Mineralöl zum Einsatz. Als Mineralöl können die gängigen für die Lederfettung verwendeten Mineralöle eingesetzt werden. Es handelt sich dabei um Mineralöle mit vorwiegend paraffinischem Anteil (paraffinbasierte Mineralöle) mit einer Viskosität von 15 mm²/s bis 20 mm²/s bei 40°C. Es können aber auch andere, z.B. naphthenbasierte, Mineralöle mit anderen Viskositäten verwendet werden. Weiterhin können auch synthetische Öle oder Wachse, wie Paraffinöl, Alkylbenzole, Paraffinwachse, Polyethylenwachse aber auch native Öle oder Wachse, wie Wollfett, Bienenwachs, Fischöl, Rüböl und Lecithin für die erfindungsgemäße Zusammensetzung verwendet werden.

[0022] In der erfindungsgemäßen Zusammensetzung kann weiterhin ein Emulgator vorliegen. Der Emulgator dient

dazu, die erfindungsgemäße Zusammensetzung zu stabilisieren und hinsichtlich der optischen und anwendungstechnischen Eigenschaften zu verbessern. Es werden insbesondere solche Emulgatoren eingesetzt, die die Hydrophobierung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung nicht beeinträchtigen. Beispiele solcher Emulgatoren sind die in der EP 0 213 480 A2 beschriebenen Salze einer α -Aminosäure mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen und mit dem A kyl-Rest einer gesättigten oder ungesättigten Fettsäure mit 9 bis 20 C-Atomen am Aminstickstoff, das gegebenenfalls zusätzlich durch Methyl substituiert sein kann, wobei als Salze Alkalisalze, insbesondere des Natriums oder des Kaliums, die Ammoniumsalze oder Salze eines Mono-, Di- oder Trialkanolamins mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkanolrest, insbesondere des Mono-, Di- oder Triethanolamins, in Betracht kommen. Besonders bewährt hat sich beispielsweise N-Oleoylsarkosid, N-Stearylsarkosid, N-Laurylsarkosid und deren Salze. Eingesetzt werden können nichtionische Tenside, wenn sie die Hydrophobierung nicht nachteilig beeinflussen. Das sind z.B. nichtionische Emulgatoren (z.B. Fettalkoholethoxylate) mit einem HLB-Wert vorzugsweise von 3-9. Weiter eingesetzt werden können Sorbitanester und Ester anderer Polyole. Eingesetzt werden können auch alle Tenside aus der Gruppe der Aniontenside, wenn sie die geforderten anwendungstechnischen Eigenschaften erbringen und nicht zu einer Beeinträchtigung der Hydrophobierung führen. Das sind z.B. niedrig ethoxylierte Phosphorsäureester auf Oleyl- oder Talgfett-Basis mit 3 bis 5 Mol Ethylenoxid oder nicht bzw. niedrig ethoxylierte Sulfosuccinate auf Kokos- oder Talgfett-Basis. Ebenso geeignet ist Laurylsulfat bzw. deren niedrig ethoxylierte Derivate.

[0023] Die Menge des Emulgators in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung beträgt 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise etwa 2,5 Gew.-%.

[0024] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann weiterhin übliche Stellmittel, insbesondere Glykole, z.B. in einer Menge von 1 Gew.-% bis 2 Gew.-%, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, sowie ein Biozid und/oder Fungizid, jeweils z.B. in einer Menge von etwa 0,1 Gew.-%, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, enthalten.

[0025] Der Rest der erfindungsgemäßen Zusammensetzung auf 100 Gew.-% kann Wasser sein, das auch als Stellmittel fungiert. Der Zusatz von Wasser bewirkt, daß die erfindungsgemäße Zusammensetzung vom Anwender sofort eingesetzt werden kann. Als Wasser kann dabei günstigerweise destilliertes Wasser oder entionisiertes Wasser verwendet werden, wodurch vorteilhafterweise Fällungsreaktionen in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung vermieden werden.

[0026] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung, vor allem in den vorstehend näher beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen, weist eine ganze Reihe von Vorteilen auf. Bei der erfindungsgemäßen Zusammensetzung handelt sich um ein in Wasser emulgierbares Lederbehandlungsmittel, das sich durch eine exzellente Hydrophobierung und eine ebenfalls exzellente weichmachende Wirkung von Leder auszeichnet. Es handelt sich um eine multifunktionelle Zusammensetzung, mit der das Hydrophobieren und das Weichmachen von Leder gleichzeitig erreicht werden kann. Die nachteiligen Eigenschaften der zu weichmachenden acrylatbasierenden hydrophobierenden Fettungsmittel weist die erfindungsgemäße Zusammensetzung nicht auf. Es wird eine reproduzierbare gute Hydrophobierung auf die damit hergestellten Leder ausgeübt, wobei man ohne zusätzliche, in der Gerberei verwendete Hilfsmittel, auskommt. Die erfindungsgemäße Zusammensetzung beeinflusst die nachfolgenden Lederbehandlungsschritte nicht nachteilig. Die tragehygienischen Eigenschaften der mit der erfindungsgemäßen Zusammensetzung hergestellten Leder sind hervorragend. Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann ohne weiteren Einsatz organischer Lösungsmittel verwendet werden, wodurch sie sich hinsichtlich toxikologischer und umweltrelevanter Aspekte als vorteilhaft erweist. Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann einfach in wäßriger Flotte auf das Leder appliziert werden.

[0027] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ferner ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung, wobei das Phosphorsäureestergemisch a), das Mineralöl b) und ggf. die weiteren Bestandteile, wie Emulgator, Stellmittel, Biozid und Fungizid, gemischt werden und zu diesem Gemisch dann Wasser gegeben wird.

[0028] Die Wasserzugabe kann unter Rühren erfolgen. Der pH-Wert der erfindungsgemäßen Zusammensetzung kann mit einer Base, vorzugsweise Natron- bzw. Kalilauge auf einen Wert zwischen 7 und 9 eingestellt werden. Die Zugabe von Stellmitteln, wie Glykole, z. B. Butyglykol, Fungizid und Biozid kann auch erst nach der Wasserzugabe erfolgen.

[0029] Wie bereits vorstehend ausgeführt wurde, eignet sich die erfindungsgemäße Zusammensetzung bestens zum Weichmachen und Hydrophobieren von Leder. Aufgrund der Multifunktionalität der erfindungsgemäßen Zusammensetzung kann das Weichmachen und das Hydrophobieren gleichzeitig erreicht werden. Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann in der prinzipiell gleichen Weise wie die bisher eingesetzten Fettungsmittel und Hydrophiermittel verwendet werden. Die Menge der erfindungsgemäßen Zusammensetzung kann dabei 8 Gew.-% bis 15 Gew.-%, bezogen auf das Falzgewicht der Leder, betragen.

[0030] Die Erfindung wird nachfolgend anhand der Beispiele näher erläutert, ohne sie jedoch darauf einzuschränken.

Beispiel 1: Herstellung einer erfindungsgemäßen Zusammensetzung

[0031] Alle Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht

EP 1 512 759 A1

7,0%	Cetyl/Oleylalkohol 1:1 mit 3,5 mol Ethylenoxid	und
10,2 %	α , ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan	
3,0 %	Guerbet-Alkohol C36	geschmolzen zusammen mit
0,9 %	gesättigter Fettalkohol C 12/C 14	im Dreihalskolben vorlegen und auf 38 - 40 °C erwärmen. Dann vorsichtig
1,8 %	Phosphorpentoxid	einstreuen. Die Reaktion verläuft exotherm, Temp. steigt auf ca. 80 bis 85 °C. Falls Temperatur über 85 °C steigt, kühlen. Unter Stickstoff-Einleitung 5 1/2 Stunden bei 70 bis 75 °C reagieren lassen. Dann eine Mischung aus
24,3 %	Mineralöl	
5,0 %	Wollfett	
2,3 %	Oleoylsarcosid	und
8,8 %	Kalilauge 50 %	in den fertigen Ester einrühren. Bei 43-47 °C verrühren bis homogen. Dann ohne Heizung
4,2 %	Butylglykol	einrühren. Dann mit
30,5 %	deionisiertes Wasser	unter intensivem Rühren eine Emulsion aufbauen (das Wasser portionsweise, langsam zugeben). Anschließend portionsweise
1,9 %	Essigsäure 99,7 % techn.	einrühren, dann mit
0,1 %	Biozid	konservieren pH im Produkt auf 7,0 - 9,0 einstellen. (Für alle Einstellmaßnahmen wurde deionisiertes Wasser verwendet)
100 %		

Beispiel 2: Behandlung von reinem Chromleder unter Verwendung des erfindungsgemäßen Mittels

[0032]

Hydrophobierung ab wet-blue Originalstärke	Standardrezeptur/ungefärbt mit Chromfixierung
--	--

Arbeitsgang:

[0033]

5

Faßgeschwindigkeit: ca. 30 Upm für kleine Fässer

Angaben: Flotte und Menge in % bezogen auf Streifengewicht

10

Zeit in min

Flotte T	Menge Produkt	Zeit	Bemerkung
----------	---------------	------	-----------

15

OHNE NACHGERBUNG/Reine Chromleder

alle Streifen in einem Faß

20

Waschen

200	35 °C	10	Flottenwechsel
-----	-------	----	----------------

25

Neutralisation

100	35 °C	1,0 Natriumformiat	15	
		1,5 Natriumbicarbonat	90	Flottenwechsel, pH ca. 6,0

30

Waschen

200	50 °C	10	Flottenwechsel
-----	-------	----	----------------

35

Hydrophobierung

150	50 °C	8,0 HYDROPHOBIERUNGSMITTEL	
-----	-------	----------------------------	--

in der Gesamtflotte (150%) anlösen

0,2 Ammoniak 25 %	60
-------------------	----

40

ca. 1,0 Ameisensäure 85 %	40	pH ca. 3,5
---------------------------	----	------------

3,0 basischer Chromsulfatgerbstoff	150	Flottenwechsel
------------------------------------	-----	----------------

45

Waschen

200	50 °C	10	Flottenwechsel
-----	-------	----	----------------

50

55

Waschen

200 20 °C

10

Flottenwechsel

Lederstreifen auf Bock,

Vacuumieren bei 65-80 °C 2 min.

Austrocknen im Trockenraum bei 35 °C.

Über Nacht im Klimaraum konditionieren bei 60 % Luftfeuchte.

Stollen 2-mal bei Stufe 12,

Beispiel 3: Behandlung von vegetabil nachgegerbtem Leder unter Verwendung einer erfindungsgemäßen Zusammensetzung

[0034]

Waschen

200 35 °C

10

Flottenwechsel

Neutralisation

100 35 °C

1,0 Natriumformiat

15

1,5 Natriumbicarbonat

90

Flottenwechsel, pH ca. 6,0

Waschen

200 50 °C

10

Flottenwechsel

Nachgerbung

100 45 °C

5,0 synthetischer Gerbstoff

3,0 Mimosa

2,0 Kastanie

90

0,2 Ameisensäure 85%

15

Flottenwechsel

Waschen

200 50 °C

10

Flottenwechsel

Streifen auf die kleinen Fässer aufteilen

Hydrophobierung

150 50 °C

8,0 HYDROPHOBIERUNGSMITTEL

in der Gesamtflotte (150 %) anlösen

0,2 Ammoniak 25%

60

ca. 1,0 Ameisensäure 85 % 40 pH ca. 3,5
3,0 basischer Chromsulfatgerbstoff 150 Flottenwechsel

Waschen

200 50 °C

10

Flottenwechsel

Waschen

200 20 °C

10

Flottenwechsel

Lederstreifen auf Bock,

Vacuumieren bei 65-80 °C 2 min.

Austrocknen im Trockenraum bei 35 °C.

Über Nacht im Klimaraum konditionieren bei 60 % Luftfeuchte.

Stollen 2-mal bei Stufe 12,

Endbeurteilung

[0035] Die nach den Beispielen 2 und 3 hergestellte Leder waren voll, weich, hatten eine angenehmen Griff und wiesen keinen negativen gummiartigen Griff auf. Des weiteren zeigen sie eine ausgezeichnete Hydrophobierung.

Patentansprüche

1. Zusammensetzung zur Behandlung von Leder, umfassend

a) 20 Gew.-% bis 30 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, eines Phosphorsäureestergemisches, erhältlich durch Umsetzung von Phosphatierungsmittel mit einem Gemisch, enthaltend α,ω -Dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxan mit einer Viskosität bei 25° C von 200 mPas bis 20 000 mPas und/oder α,ω -Dihydroxyalkyl-poly-C1-C4-alkylsiloxan mit einer Viskosität von 40 mPas bis 300 mPas sowie weiterhin C10-C40-Alkohol und/oder C10-C40-Alkohol mit 0,5 bis 10 mol von Alkylenoxid abgeleiteten Einheiten und

b) 20 Gew.-% bis 35 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Öl und/oder Wachs.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Phosphatierungsmittel $P_2 O_5$ ist.

3. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das α,ω -Dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxan die Verbindung α,ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan ist.

4. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Viskosität des α,ω -Dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxans etwa 500 mPas beträgt.

5. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der C10-C40 Alkohol ausgewählt ist unter C12-C20 ungesättigtem Fettalkohol, gesättigtem verzweigten oder unverzweigten C20-C40 Alkohol, gesättigtem C10-C18 Alkohol oder Gemischen von 2 oder mehreren davon.

6. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der C10-C40-Alkohol mit 0,5 bis 10 mol von Alkylenoxid abgeleitete Einheiten ausgewählt ist unter C12-C20 ungesättigten Fettalkoholen, gesättigtem verzweigten oder unverzweigten C20-C40 Alkohol, gesättigtem C10-C18 Alkohol, die jeweils mit 0,5 bis 10 mol Alkylenoxid umgesetzt sind, oder Gemische von 2 oder mehreren davon.

EP 1 512 759 A1

7. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Phosphorsäureestergemisch das Umsetzungsprodukt von Phosphatierungsmittel mit einem Gemisch von

A Gemisch aus ungesättigten C12-C20-Fettalkoholen, vorzugsweise Cetylalkohol/Oleylalkohol im Verhältnis 1:1, gegebenenfalls ethoxiliert mit 0,5 bis 10 mol Ethylenoxid, vorzugsweise 3,5 mol Ethylenoxid;

B gesättigten verzweigten bzw. unverzweigten C20-C40-Alkohol, vorzugsweise C30-C38 Guerbet-Alkohol;

C gesättigtem Fettalkohol mit einer mittleren Kettenlänge C10-C18, und

D α,ω -Dihydroxypolydimethylsiloxan mit einer Viskosität bei 25°C von 200 mPas bis 20 000 mPas, vorzugsweise 500 mPas

ist.

8. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei sie weiterhin bis zu 5 Gew.-% Emulgator enthält.

9. Verfahren zur Herstellung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei das Phosphorsäureestergemisch a) das Öl und/oder Wachs b) und gegebenenfalls der Emulgator gemischt und dann Wasser zugegeben wird.

10. Verwendung der Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 8 zum Hydrophobieren und/oder Weichmachen von Leder.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 03 01 7794

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
D,A	EP 1 087 021 A (TRUMPLER GMBH & CO) 28. März 2001 (2001-03-28) * Seite 3, Zeile 27 - Zeile 45 * * Beispiel 1 *	1-10	C14C9/02
A	--- DATABASE WPI Section Ch, Week 199621 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A97, AN 1996-207771 XP002262486 & RU 2 043 422 C (LEATHER SHOE IND RES INST), 10. September 1995 (1995-09-10) * Zusammenfassung *	1-10	
A	--- JP 09 048855 A (KAO CORP) 18. Februar 1997 (1997-02-18) * Zusammenfassung *	1	
A	--- BASKAR G ET AL: "DEVELOPMENT OF PHOSPHORYLATED FATLIQUORS AND THEIR APPLICATION IN THE MANUFACTURE OF SOPHISTICATED LEATHERS" JOURNAL OF THE AMERICAN LEATHER CHEMISTS ASSOCIATION, AMERICAN LEATHER CHEMISTS ASSOCIATION. CINCINNATI, US, Bd. 86, Nr. 4, 1. April 1991 (1991-04-01), Seiten 159-165, XP000236734 ISSN: 0002-9726 * Zusammenfassung *	1-10	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			C14C C08L C09D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 21. November 2003	Prüfer Neugebauer, U
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 : nichtschriftliche 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 anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

1
EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 03 01 7794

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

21-11-2003

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 1087021	A	28-03-2001	EP	1087021 A1	28-03-2001
			AT	246732 T	15-08-2003
			DE	59906530 D1	11-09-2003

RU 2043422	C	10-09-1995	RU	2043422 C1	10-09-1995

JP 9048855	A	18-02-1997	KEINE		

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82