



⑪

625 288

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑬ Gesuchsnummer: 6089/77

⑭ Inhaber:
Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien,
Düsseldorf-Holthausen (DE)

⑮ Anmeldungsdatum: 16.05.1977

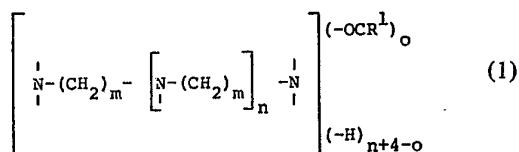
⑯ Erfinder:
Peter Waltenberger, Hilden (DE)
Günter Uphues, Düsseldorf (DE)
Manfred Petzold, Düsseldorf-Holthausen (DE)

⑰ Patent erteilt: 15.09.1981

⑱ Vertreter:
Bovard & Cie., Bern⑲ Patentschrift
veröffentlicht: 15.09.1981

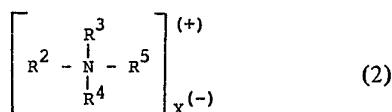
⑳ Glättmittel für Textilfasermaterial.

㉑ Das Glättmittel dient zur Verbesserung der Verarbeitbarkeit, des Griffes und Verhinderung der elektrostatischen Aufladung. Es ist eine lagerstabile, wässrige, kationaktive Dispersion, ist faseraffin und enthält Fettsäureester, Paraffin, Fettsäureamidopolyamin der Formel



worin R^2 ein Kohlenwasserstoffrest mit 12 - 18 C-Atomen, R^3 ein Kohlenwasserstoffrest mit 1 - 18 C-Atomen, R^4 und R^5 Kohlenwasserstoffreste mit 1 - 2 C-Atomen, X^- ein salzbildendes Anion ist, Aethylenoxidaddukte an höhere Alkohole, an Alkylphenoole, höhere Fettsäuren, Fettsäureamidpolyamine oder Alkylamine, Schutzkolloid und mit Wasser nicht mischbares Lösungsmittel. Das Mittel kann aus wässriger Flotte im Ausziehverfahren oder im Aufsprüh- oder Tauchverfahren auf das Textilmaterial aufgebracht werden.

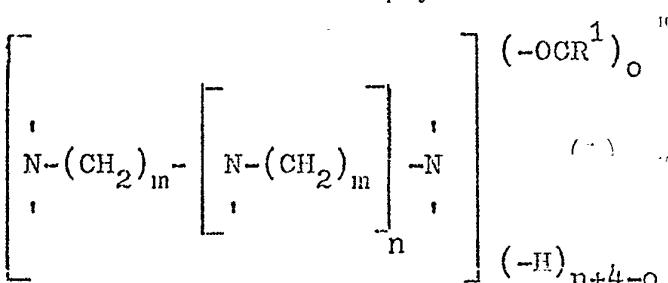
worin $-OCR^1$ für einen Fettacylrest mit 14 - 22 C-Atomen steht, $m = 2 - 6$, $n = 1 - 3$, $o = 1 - 3$ ist, niedere Carbon- oder Hydroxycarbonsäure und gegebenenfalls Fettsäuremono-, -di- oder -polydialkanolamide, Quartärammoniumsalz der Formel



PATENTANSPRÜCHE

1. Glättemittel für Textilfasermaterial, gekennzeichnet durch folgende Zusammensetzung:

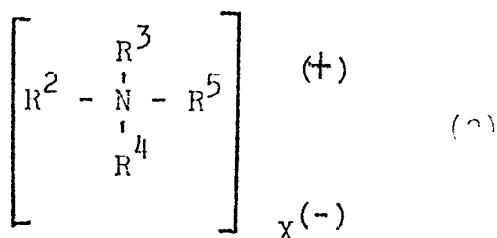
- (I) 5-20 Gew.-% Fettsäureester aus 1 Mol einer Fettsäure mit 14-18 C-Atomen und 1 Mol eines ein- oder mehrwertigen Alkohols mit 1-8 C-Atomen,
- (II) 15-35 Gew.-% Paraffin des Schmelzbereiches 40-60 °C, wobei die Summe von (I) und (II) 20-50 Gew.-% beträgt,
- (III) 1-10 Gew.-% Fettsäureamidopolyamin der Formel



worin $-\text{OCR}^1$ ein Fettacylrest mit 14-22 C-Atomen, $m = 2-6$, $n = 1-3$, $o = 1-3$ ist.

(IV) 0-5 Gew.-% Fettsäuremonoalkanolamide oder -dialkanolamide oder -polydialkanolamide aus 1 Mol Fettsäure mit 12-18 C-Atomen und 1 Mol eines Monoalkanolamins oder 1 oder 2 Mol eines Dialkanolamins mit 4-6 C-Atomen,

(V) 0-5 Gew.-% Quartärammoniumsalz der Formel



worin R^2 ein Kohlenwasserstoffrest mit 12-18 C-Atomen, R^3 ein Kohlenwasserstoffrest mit 1-18 C-Atomen, R^4 und R^5 Kohlenwasserstoffreste mit 1-2 C-Atomen, $\text{X}^{(-)}$ ein salzbildendes Anion ist

(VI) 0-5 Gew.-% eines Äthylenoxidadduktes an höhere Alkohole mit 9-22 C-Atomen oder an Alkylphenole mit 12-20 C-Atomen oder an höhere Fettsäuren oder Fettsäureamidpolyamine oder Alkylamine mit 12-22 C-Atomen

wobei die Summe von (III), (IV), (V) und (VI) 1-12 Gew.-% beträgt,

(VII) 0-1 Gew.-% eines Schutzkolloids

(VIII) 0-10 Gew.-% eines mit Wasser nicht mischbaren Lösungsmittels

(IX) 1-10 Gew.-% einer niederen Carbonsäure oder Hydroxycarbonsäure mit 1-4 C-Atomen

(X) Rest zu 100 Gew.-% Wasser.

2. Glättemittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Fettsäureester (I) Palmitinsäuremethylester, Isopalmitinsäuremethylester oder Stearinäuremethylester ist.

3. Glättemittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Fettsäureamidopolyamin (III) gemischte Acylreste mit 16-22 C-Atomen enthält.

4. Glättemittel nach einem der vorangehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch folgende Zusammensetzung:

- (I) 7,5-20,0 Gew.-% Fettsäureester
- (II) 20,0-30,0 Gew.-% Paraffin
- (III) 2,8-6,0 Gew.-% Fettsäureamidopolyamin
- (IV) 0-1,5 Gew.-% Fettsäuredialkanolamid oder -polydialkanolamid
- (V) 0-2,0 Gew.-% Quartärammoniumsalz

- (VI) 0,1-0,5 Gew.-% eines Adduktes von 35-85 Gew.-% Äthylenoxid an einen höheren Alkohol mit 16-18 C-Atomen oder an Nonylphenol
- (VII) 0-0,1 Gew.-% Schutzkolloid
- (VIII) 0-4 Gew.-% Lösungsmittel
- (IX) 3-8 Gew.-% konzentrierte Essigsäure
- (X) Rest zu 100 Gew.-% Wasser

Eine bekannte Methode zur Verbesserung der Glätte von Textilfasermaterial ist das sogenannte Trockenparaffinieren. Hierbei wird das zu behandelnde Garn während des Spulens über festes Paraffin geführt. Der Faden nimmt durch Abrieb eine von der Art des Paraffins, vom Anpressdruck und von der Materialgeschwindigkeit abhängige Menge Paraffin auf.

Dieses Verfahren hat jedoch wesentliche Nachteile. So ist zur reibungsfreien Weiterverarbeitung des Textilmaterials der Auftrag einer genau definierten Paraffinmenge erforderlich, wobei in Abhängigkeit von der Jahreszeit verschiedene Paraffintypen zur Anwendung kommen. Beim Spulen ist eine Herabsetzung der normalen Spulgeschwindigkeit um 20-25% erforderlich. Ferner muss die Einhaltung geeigneter Temperaturen für die Lagerung der paraffinierten Spulen beachtet werden.

Beim Verarbeiten der Garne, insbesondere von Einfachgarnen, kann es während des Paraffinierens zu Garnaufschüben und zu Fadenbrüchen kommen. Ein weiterer Nachteil ist das mögliche Ausblühen des Paraffins bei späteren Dämpf- und Bügelprozessen.

Weiterhin reicht die Trockenparaffinierung im allgemeinen nicht aus, um dem Material auch einen guten Griff zu verleihen. Hierzu ist die zusätzliche Behandlung mit einem üblichen kationischen Avigagemittel erforderlich.

Aufgabe der Erfindung ist die Entwicklung eines Hilfsmittels, das zur Behandlung der verschiedensten Textilfasermaterialien, wie Cellulose-, Woll-, Synthesefasermaterial oder Gemischen derselben geeignet ist und diesen Materialien die für die Weiterverarbeitung erforderliche Glätte sowie einen guten Griff und Antistatikeffekt verleiht.

Diese Aufgabe wird gelöst durch das im Patentanspruch 1 definierte Glättemittel.

Bevorzugt werden Glättemittel der im Patentanspruch 4 definierten Zusammensetzung.

Das erfindungsgemäße Glättemittel ist eine lagerstabile, wässrige, kationische Dispersion, deren spezifische Substantivität insbesondere die Applikation im Ausziehverfahren ermöglicht.

Als Fettsäureester der Formel (I) kommen insbesondere Palmitinsäure- oder Stearinäuremethylester sowie die entsprechenden Äthylester in Betracht. Es können jedoch auch Partialester des Äthylenglykols, Propylenglykols, Glycerins, Pentaerythrins oder Sorbitans, z. B. Palmitinsäure- oder Stearinäuremonoglycerid verwendet werden.

Als Paraffine (II) werden vorzugsweise solche des Schmelzbereiches 50-60 °C verwendet.

Die Fettsäureamidopolyamine der Formel (III) werden vorzugsweise erhalten aus gesättigten Fettsäuren bzw. Fettsäuregemischen mit 16-22 C-Atomen mit Polyalkylenpolyaminen, wie Polyäthylen- oder Polypropylentri-, tetra- oder -pentamin, wobei die Umsetzung in einem solchen Molverhältnis erfolgt, dass wenigstens ein zur Salzbildung befähigtes Aminstickstoffatom erhalten bleibt. Als Beispiel ist zu nennen das Umsetzungsprodukt aus 2 Mol Stearinäure mit 1 Mol Diäthylentriamin. Die Fettsäureamidopolyamine liegen in Form ihrer Salze mit niederen Carbonsäuren oder Hydroxycarbonsäuren mit 1-4 C-Atomen, z. B. Essigsäure oder Glykolsäure vor.

Fettsäuremonoalkanolamide oder -dialkanolamide oder -polydialkanolamide entsprechend (IV) werden erhalten durch Kondensation von 1 Mol eines Monoalkanolamins oder von 1-2 Mol eines Dialkanolamins, z. B. Monoäthanolamin oder Diäthanolamin oder Dipropanolamin mit 1 Mol Fettsäure, Fettsäuregemischen oder entsprechenden Fettsäuremethylestern mit 12-20 C-Atomen (vgl. Lindner, «Tenside-Textilhilfsmittel-Waschrohstoffe» (1967), Seiten 904-912). Beispiele hierfür sind das Kondensationsprodukt aus 1 Mol Laurinsäure und 1 Mol Monoäthanolamin, aus 1 Mol Kokosfettsäure und 2 Mol Diäthanolamin, aus 1 Mol Laurinsäure oder Ölsäure und 1 Mol Diäthanolamin oder aus 1 Mol Kokosfettsäure und 1 Mol Dipropanolamin.

Geeignete Quartärammoniumsalze (V) sind beispielsweise Lauryltrimethylammoniumchlorid, Dodecylbenzyltrimethyl ammoniummethosulfat oder Distearyl-dimethyl-ammoniumchlorid.

Die Glättmittel enthalten ferner 0-5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1-0,5 Gew.-% eines Äthylenoxidadduktes an gerad- oder verzweigtketige, gesättigte oder ungesättigte höhere Alkohole mit 9-22, vorzugsweise 16-18 C-Atomen, z. B. das Addukt von 20 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Oleylalkohol oder an Alkylphenole mit 12-20 C-Atomen, z. B. das Addukt von 10 Mol Äthylenoxid an Nonylphenol oder an höhere Fettsäuren oder Fettsäureamidopolyamine oder Alkylamine mit 12-22 C-Atomen, oder Gemische dieser Addukte. Der Äthylenoxidegehalt der Addukte soll 35-85 Gew.-% betragen. Bevorzugt werden die Äthylenoxidaddukte an höhere Alkohole und Alkylphenole.

Als Schutzzolloide (VII) sind vorzugsweise Methylcellulose, Hydroxyäthylcellulose, Leim, Polyvinylalkohol oder Gummiarabicum zu nennen.

Als im Wasser nicht mischbare Lösungsmittel (VIII) kommen aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Hexan, Benzol, Toluol, Xylol, Alkylbenzol, symmetrische oder asymmetrische Ketone, wie Diisobutylketon, symmetrische oder asymmetrische Äther, wie Dibutyläther, oder Halogen-kohlenwasserstoffe, wie Trichloräthylen oder Perchloräthylen, in Betracht.

Die niederen Carbonsäuren (IX) dienen zur Salzbildung mit den Fettsäureamidopolyaminen bzw. zur Neutralisation anderer basischer Bestandteile der Komposition und sollten vorteilhaft in einer Menge von 3-6 Mol je Aminstickstoff-Äquivalent eingesetzt werden. Geeignet sind beispielsweise Essigsäure oder Glykolsäure.

Die Komposition wird mit Wasser (X) zu 100 Gew.-% ergänzt und in eine stabile Dispersion übergeführt, was in üblicher Weise durch Verrühren, gegebenenfalls bei erhöhten Temperaturen und unter Verwendung von Rührwerken, Dispergatoren, Homogenisatoren usw., erfolgen kann. Vorzugsweise wird destilliertes oder demineralisiertes Wasser verwendet.

Das erfindungsgemäße Glättmittel kann zur Ausrüstung von Textilfasermaterialien, wie Wolle, Baumwolle, Zellwolle, Polyacrylnitril-, Polyester-, Polyamid-, Triacetat-, Polyäthylen-, Polypropylenfasermaterial und Gemischen derselben, vorzugsweise Mischungen von Polyacrylnitril/Wolle, Polyacrylnitril/Baumwolle, Polyester/Wolle, Polyester/Zellwolle und Polyamid/Wolle sowie von mineralischem Fasermaterial, wie Asbest oder Glasfasern, vorzugsweise Glasfasermaterial, verwendet werden. Vorzugsweise liegen die Fasermaterialien als Kreuzspulen, Raketen spulen, Stranggarn, Muffs oder Kammzug vor. Das Material kann gebleicht, gefärbt und/oder krumpffrei ausgerüstet sein.

Die Applikation des Glättmittels kann in üblichen Apparaturen, wie Färbeapparaten für Kreuzspulen, Raketen spulen, Stranggarn, Muffs oder auf der Liseuse für Kammzug erfolgen. Vorzugsweise wird im Ausziehverfahren aus wässriger Flotte bei einem Flottenverhältnis von 1 : 8 bis 1 : 40 und einem Flot-

ten-pH von 2-8, vorzugsweise 4,5-6,5 in HT-Apparaten bzw. 6,5-7,5 in offenen Apparaten bei 25-80 °C gearbeitet, wobei die Konzentration beispielsweise 0,2-3,0 Gew.-%, vorzugsweise 0,2-1,5 Gew.-%, an Glättmittelwirkstoff, bezogen auf das Waren gewicht, beträgt.

Die Ausrüstung kann auch in Gegenwart von Elektrolyten, wie Natriumacetat, Natriumsulfat, Natriumchlorid usw., erfolgen.

Das ausgerüstete Material zeigt eine ausgezeichnete Glätte und einen weichen, voluminösen und geschmeidigen Griff, weshalb eine zusätzliche Applikation von Avivagmitteln nicht erforderlich ist. Die Glättewerte bzw. Reibwerte liegen, gemessen auf der Reibwertwaage der Fa. Schlafhorst, bei allen Textilfasermaterialien unter 0,18 My, vorzugsweise bei 0,12-0,15 My und weisen eine hohe Gleichmässigkeit auf. Hieraus ergibt sich eine sehr gute Verarbeitbarkeit, z. B. beim Stricken oder Weben. Ferner zeigen sich bei der Weiterverarbeitung der ausgerüsteten Textilfasermaterialien keine Schwierigkeiten durch elektrostatische Aufladung. Die aus solchen Garnen hergestellten Gestricke und Gewirke zeigen gute und ruhige Maschenbilder.

Eine weitere Applikationsmöglichkeit ist das Aufsprühen einer Lösung des erfindungsgemäßen Glättmittels auf das Textilfasermaterial oder Imprägnierung des Materials mit einer solchen Lösung durch Eintauchen.

Beispiele

Prozentuale Konzentrationsangaben sind gewichtsmässig.

Glättmittel gemäss Erfundung

(A)	10,0 Gew.-%	Palmitinsäuremethylester
	30,0 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C
	2,8 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin entsprechend (III) des Patentanspruchs 1, worin -OCR ¹ ein Acylrest mit der Kettenverteilung C ₁₆ = 25%, C ₁₈ = 35%, C ₂₀ = 15%, C ₂₂ = 25%, m = 2, n = 2, o = 2 ist
	1,5 Gew.-%	Kokosfettsäurepolydiäthanolamid
	2,0 Gew.-%	Diisobutylketon
	3,0 Gew.-%	Essigsäure, konz.
	50,7 Gew.-%	Wasser
(B)	15,0 Gew.-%	Palmitinsäuremethylester
	15,0 Gew.-%	Paraffin, F.P. 57-60 °C
	3,75 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin entsprechend (III) des Patentanspruchs 1, worin -OCR ¹ ein Acylrest mit der Kettenverteilung C ₁₆ = 20%, C ₁₈ = 40%, C ₂₀ = 10%, C ₂₂ = 30%, m = 2, n = 3, o = 3 ist
	0,75 Gew.-%	Laurinsäurediäthanolamid
	6,3 Gew.-%	Essigsäure, 60%ig
	59,2 Gew.-%	Wasser
(C)	7,5 Gew.-%	Isopalmitinsäuremethylester
	22,5 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C
	4,5 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin entsprechend Glättmittel (B)
	4,0 Gew.-%	Perchloräthylen
	3,0 Gew.-%	Essigsäure, konz.
	58,5 Gew.-%	Wasser
(D)	10,0 Gew.-%	Stearinsäuremethylester
	30,0 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C
	4,5 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin mit der Kettenverteilung entsprechend Glättmittel (A), worin m = 2, n = 3, o = 2,5 ist
	1,5 Gew.-%	Ölsäurediäthanolamid
	4,0 Gew.-%	Toluol
	3,4 Gew.-%	Essigsäure, konz.
	46,6 Gew.-%	Wasser

(E)	8,75 Gew.-%	Palmitinsäuremethylester	und auf 50 °C kaltgespült worden war, 15 Minuten lang mit einer auf pH-Wert 7-7,5 eingestellten Flotte, die 1,5% vom Warengewicht des erfindungsgemäss beanspruchten Glättemittels (A) enthält, behandelt. Während dieser Zeit zog das
	26,25 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C	5 Glättemittel vollständig auf das Fasermaterial auf. Anschliessend wurde das Material geschleudert und getrocknet.
	3,5 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin entsprechend Glättemittel (B)	Das in dieser Weise ausgerüstete Garn besass sehr gute Glätte (Reibwert = 0,15 My) und weichen Griff und liess sich ohne jede Nachbehandlung verstricken.
	0,7 Gew.-%	Kokosfettsäuremonoäthanolamid	10 Das Gestrick zeichnet sich durch ein sehr gleichmässiges Maschenbild aus.
	8,75 Gew.-%	1%ige Lösung von Gummiarabicum	B) In einem Kreuzspul-HT-Färbeapparat wurde Mischgarn aus Polyacrylnitrilfasern/Wolle nach vorausgehender Färbung auf frischem Bad bei einem Flottenverhältnis 1 : 10 mit 2,0%
	4,9 Gew.-%	Essigsäure, 60%ig	15 Glättemittel (B) bei pH-Wert 5,0 20 Minuten lang mit ansteigender Temperatur (bis 45/50 °C) behandelt, geschleudert und getrocknet.
	47,15 Gew.-%	Wasser	Das Material zeigte eine hervorragende Glätte (Reibwert 0,14 My) und liess sich gut weiterverarbeiten. Das daraus hergestellte Gewirke zeigte ohne jede zusätzliche Avivagebehandlung einen voluminösen Griff und war noppenfrei.
(F)	10,0 Gew.-%	Palmitinsäuremethylester	C) Wollgarn Nm 32/2 auf Raketenfspule, filzfrei ausgerüstet, reaktiv gefärbt, wurde im Flottenverhältnis 1 : 12 mit einer 2% Glättemittel (C) (bezogen auf Warengewicht) enthaltenden
	30,0 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C	25 Flotte 20 Minuten lang bei 40 °C und einem Flotten-pH-Wert von 6,0 behandelt, geschleudert und getrocknet.
	3,5 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin entsprechend Glättemittel (B)	Das in dieser Weise ausgerüstete Material zeigte eine sehr gleichmässige Auflage des Glättemittels und liess sich störungsfrei weiterverarbeiten zu einem qualitativ hochwertigen Gestrick.
	1,5 Gew.-%	Kokosfettsäurepolydiäthanolamid	D) In einem offenen Färbeapparat wurde indanthrengefärbtes Baumwoll-Material nach gründlicher Absäuerung mit einer 1,5% Glättemittel (D) (bezogen auf Warengewicht) enthaltenden Flotte (Flotten-pH-Wert 5,5) 10 Minuten lang bei 30 45 °C behandelt. Das Glättemittel zog weitgehend auf das Fasermaterial auf, die Egalität war hervorragend.
	2,0 Gew.-%	Lauryltrimethylammoniumchlorid, 35%ig	Das Material wurde geschleudert, getrocknet und auf «9° 15'-Spulen» gespult.
	5,9 Gew.-%	Essigsäure, 60%ig	Die Trocknung erfolgte in einem Schnelltrockner bei 40 120 °C, das Glättemittel dampfte nicht ab.
	47,1 Gew.-%	Wasser	E) In einem Stranggarnfärbeapparat wurde Handstrickgarn, bestehend aus 80% Polyacrylnitrilfasern und 20% Wolle (Mohair) im Flottenverhältnis 1 : 30 bei pH-Wert 7,0 mit einer 1,5% Glättemittel (A) enthaltenden Flotte bei 45 °C 20 Minuten 45 lang behandelt, geschleudert und getrocknet.
(G)	11,0 Gew.-%	Palmitinsäuremethylester	Das resultierende Material zeigte eine ausgezeichnete Glätte (Reibwert = 0,16 My) und liess sich ohne Störungen durch elektrostatische Aufladungen knäueln.
	24,0 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C	
	0,3 Gew.-%	Nonylphenol · 10 ÄO	
	4,4 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin, entsprechend Glättemittel (B)	
	1,0 Gew.-%	Kokosfettsäurepolydiäthanolamid	
	4,2 Gew.-%	Essigsäure, konz.	
	55,1 Gew.-%	Wasser	
(H)	8,75 Gew.-%	2-Äthylhexylstearat	
	26,25 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C	
	4,4 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin, entsprechend Glättemittel (A)	
	1,0 Gew.-%	Laurinsäurepolydiäthanolamid	
	6,7 Gew.-%	Essigsäure, 60%ig	
	52,9 Gew.-%	Wasser	
(I)	7,5 Gew.-%	Palmitinsäuremethylester	
	22,5 Gew.-%	Paraffin, F.P. 52-54 °C	
	4,0 Gew.-%	Fettsäureamidopolyamin, entsprechend Glättemittel (B)	
	1,4 Gew.-%	Distearyldimethylammoniumchlorid	
	4,5 Gew.-%	Essigsäure, 60%ig	
	60,1 Gew.-%	Wasser	

Die Glättemittel (A)-(I) stellen stabile Dispersionen dar, die mit Wasser in jedem Verhältnis mischbar sind.

Ausführungsformen des erfindungsgemässen Glättemittels können folgendermassen eingesetzt werden:

A) In einem Strangfärbeapparat wurde Polyacrylnitril-Hochbauschgarn, das vorher im Flottenverhältnis 1 : 25 in üblicher Weise mit kationischen Farbstoffkombinationen gefärbt