



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 252 842 A1

4(51) C 11 D 7/32
 C 11 D 7/24
 C 11 D 3/26
 C 11 D 3/18
 C 11 D 17/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WPC 11 D / 294 702 4

(22) 26.09.86

(44) 30.12.87

(71) VEB Agrochemie Piesteritz, Straße der Neuerer 126, Wittenberg-Piesteritz, 4602, DD

(72) Auräth, Bodo, Dipl.-Chem.; Klose, Manfred; Zaake, Wolfgang; Bertz, Tassilo, Dr. Dipl.-Chem.; Crahmer, Heinz, Dr. Dipl.-Chem.; Teige, Wolfgang, Dipl.-Chem.; Jasche, Klaus, Dr. Dipl.-Chem.; Jentzsch, Manfred, DD

(54) Reinigungsmittel für textile Flächen und Verfahren zu seiner Herstellung

(55) Trockenreiniger, textile Flächen, Herstellungsverfahren, Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukt, Harnstoff-Formaldehyd-Harzsol, Öl-in-Wasser-Emulsion, organische Lösungsmittel, Mikrokapseln, Formkörper, sorbierender Trägerstoff

(57) Die Erfindung betrifft ein festes Reinigungsmittel für textile Flächen, insbesondere Teppiche und Auslegwaren und ein Verfahren zu dessen Herstellung. Das Reinigungsmittel ist gekennzeichnet durch einen höheren Gehalt an flüssigen reinigungswirksamen Komponenten, ohne daß der Charakter eines Trockenreinigers verlorengeht. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, reinigungsaktive organische Lösungsmittel mit Duftstoffen sowie wäßrige Lösungen, die oberflächenaktive Stoffe, Komplexbildner und Antistatika enthalten, so zu formulieren, daß sie in kompaktem bzw. pulverförmigem Zustand einfach und in gut dosierbarer Form anwendbar sind. Es wurde gefunden, daß durch Zugabe eines wäßrigen Harnstoff-Formaldehyd-Harzsols zu einer organische Lösungsmittel enthaltenden Emulsion des Typs Öl-in-Wasser unter Säurezusatz, das nach Verfestigung des Harzsols entstehende Produkt entweder im pastösen Zustand mit einem sorbierenden Trägerstoff vermischt oder einem Behältnis zugeführt wird, um einen festen Formkörper zu erhalten. Das erfindungsgemäße Reinigungsmittel besteht aus 0,4–1,5 Ma.-Teile Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukt, 0–1 Ma.-Teil Trägerstoff und 1,4–4,5 Ma.-Teile Reinigungsemulsion, wobei der überwiegende Teil der organischen Lösungsmittel in eine Harnstoff-Formaldehyd-Festharzhülle als Mikrokapseln eingebettet ist.

Patentanspruch:

1. Reinigungsmittel für textile Fläche, bestehend aus einer Öl-in-Wasser Emulsion und einer Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukt enthaltenden Trägersubstanz, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Mittel aus 0,4–1,5 Ma.-Teilen Harnstoff-Formaldehyd-Produkt, 0–1 Ma.-Teil anderer sorptionsstarker Trägerstoffe und 1,4–4,5 Ma.-Teilen einer Öl-in-Wasser Emulsion besteht, wobei die Ölphase zum überwiegenden Teil als Mikrokapseln in eine Harnstoff-Formaldehyd-Festharzhülle eingebettet ist.
2. Reinigungsmittel für textile Flächen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Ölphase der Emulsion aus wasserunlöslichen organischen Lösungsmitteln, wie aliphatischen Kohlenwasserstoffen, Terpentinöl, Alkylether, Halogenkohlenwasserstoffe und Acetaten besteht, daß in der wäßrigen Phase Säuren, saure Salze sowie Komplexbildner wie Grahamsalz, Amino-tris-(methylenphosphonsäure), Ethylendiamintetraessigsäure sowie Nitrilotriessigsäure bzw. deren Salze gelöst sind und daß die Emulsion oberflächenaktive Stoffe, wie Alkylsulfate, Alkylsulfonate, ethoxilierte Alkohole und Monoglyceride enthält.
3. Reinigungsmittel für textile Flächen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukt ein wäßriges Harzsol mit einem Festharzgehalt von 30–40 Ma.-% verwendet wird.
4. Festes Reinigungsmittel für textile Flächen nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als weitere Trägersubstanzen zerkleinerter Harnstoff-Formaldehyd-Schaumstoff, Cellulose, Polystyrol-, Polyvinylchloridteilchen oder anorganische Stoffe, wie Fällungskieselsäure, Bentonit, Kieselgur oder Ceolithe, verwendet werden.
5. Verfahren zur Herstellung des Reinigungsmittels für textile Flächen, **dadurch gekennzeichnet**, daß in eine organische Lösungsmittel enthaltende Emulsion des Typs Öl-in-Wasser unter Säurezusatz ein wäßriges Harnstoff-Formaldehyd-Harzsol entstehende Produkt entweder im pastösen Zustand mit einem Trägerstoff vermischt oder einem Behältnis zugeführt wird, um einen festen Formkörper zu erhalten.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Reinigungsmittel für textile Flächen, insbesondere für Teppiche, Fußbodenbeläge und Polstermöbel und ein Verfahren zu seiner Herstellung.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Die Verwendung von trockenen Materialien zum Reinigen von Teppichen und anderen Textilien weist in den letzten Jahren eine zunehmende Tendenz auf.

Der Begriff „trocken“ besagt in dieser Beziehung, daß das Mittel wie ein Pulver fließt und sich wie ein Pulver handhaben läßt, wenngleich es auch beträchtliche Mengen an Flüssigkeiten, wie Wasser u./o. organische Lösungsmittel enthalten kann. Der fluide Anteil sollte möglichst hoch sein, um eine optimale Reinigungswirkung zu erzielen. Das Trägermaterial muß ein hohes Schmutzentfernungsvermögen, eine hohe Porosität und eine begrenzte Kornstruktur aufweisen. Das Pulver wird auf die textile Fläche gleichmäßig aufgestreut und mechanisch mit einem weichen Schrubber, Bürste oder Schwamm eingearbeitet. Dabei trennt sich die Wirkstofflösung aufgrund der mechanischen Einwirkung vom Trägermaterial und wirkt auf den im Boden befindlichen Schmutz ein, indem der Schmutz angelöst, abgelöst und dispergiert wird. Ist dies erfolgt, wandert die schmutzbeladene Wirkstofflösung an den Träger zurück, bevor der Trocknungsprozeß abgeschlossen ist. Nach erfolgter Trocknung wird das schmutzbeladene Pulver abgesaugt.

In der DE-OS 2.261.587 werden als Trägerstoffe für Trockenreiniger Polystyrol-, Harnstoff-Formaldehyd-Harz-, Polyvinylchlorid-, Polyacrylatharz-, Polyäthylen-, Polypropylen- und Acryl-Butadien-Styrolpulver in Mengen von 50–60 Ma.-% vorgeschlagen, der fluide Anteil, bei dem es sich um eine Mischung aus Wasser, organischen Lösungsmitteln und Tensiden handelt, beträgt 40–50 Ma.-%.

Die Anteile an fester Phase betragen in Trockenreinigern gemäß DE-OS 2.948.612 bzw. J-PS 57-126900 50–60 Ma.-%. Wird der Gehalt an Reinigungsfluid auf über 70 Ma.-% erhöht, resultieren Reinigungspasten (DE-OS 2.428.032), die für die Reinigung größerer Textilflächen ungeeignet sind. Teppichreiniger gemäß DE-OS 3.304.887 und DE-OS 2.732.011 enthalten etwa 80 Ma.-% Wasser. Hier wird zunächst ein Harnstoff-Formaldehyd-Schaumstoffblock hergestellt, der verfahrensbedingt etwa 80 Ma.-% Wasser enthält und anschließend in feuchtem Zustand auf 0,1–6 mm zerkleinert wird. Der hohe Wassergehalt läßt nur eine begrenzte Aufnahme für die Wirkstofflösung, insbesondere organische Lösungsmittel, zu, und ist Ursache für das bei der Zerkleinerung der Schaumstoffblöcke entstehende wenig geeignete Kornspektrum mit einer Partikelobergrenze von 6 mm. Als optimale Partikelgröße werden in der DE-OS 2.948.612 0,15–0,5 mm angegeben.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist, einen Trockenreiniger für textile Flächen mit einem hohen Gehalt an flüssigen reinigungswirksamen Komponenten herzustellen, ohne daß der Charakter eines Trockenreinigers verlorengeht.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Ausgehend von den aufgezeigten Mängeln der beschriebenen Trockenreiniger, die insbesondere im begrenzten Gehalt an Wasser und organischen Lösungsmitteln, auch bei sorptionsstarken Trägerstoffen liegen, soll erfindungsgemäß ein Trockenreiniger erhalten werden, der einen höheren Gehalt an flüssigen Stoffen aufweist, ohne daß der pulverförmige Charakter verlorengeht und ohne daß eine Verklebungs- oder Verschmierungsneigung im Teppichflor auftritt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, reinigungsaktive organische Lösungsmittel mit Duftstoffen sowie wäßrige Lösungen, die oberflächenaktive Stoffe, Komplexbildner und Antistatika enthalten, so zu formulieren, daß sie in festem bzw. pulverförmigem Zustand einfach und in gut dosierbarer Form anwendbar sind.

Das erfindungsgemäße Reinigungsmittel für textile Flächen besteht aus 0,4–1,5 Ma.-Teilen eines Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes als Trägerstoff sowie 0–1 Ma.-Teil anderer sorptionsstarke Trägerstoffe und 1,4–4,5 Ma.-Teile einer Öl-in-Wasser Emulsion, wobei die Ölphase zum überwiegenden Teil als Mikrokapseln in eine Harnstoff-Formaldehyd-Festharzhülle eingebettet ist. Die Ölphase der Emulsion besteht aus wasserunlöslichen organischen Lösungsmitteln, wie aliphatischen Kohlenwasserstoffen, Terpentinöl, Alkylethern, Halogenkohlenwasserstoffen oder Acetaten. In der wäßrigen Phase der Emulsion sind Säuren oder saure Salze sowie Komplexbildner, wie Grahamsalz, Amino-tris-(methylenphosphonsäure), Ethylendiamintetraessigsäure sowie Nitrilotriessigsäure bzw. deren Salze gelöst und außerdem oberflächenaktive Stoffe, wie Alkylsulfate, Alkylsulfonate, ethoxilierte Alkohole und Monoglyceride enthalten.

Neben Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukten, die in Form eines Harzsols mit einem Festharzgehalt von 35 Ma.-% verwendet werden, sind zusätzlich als Trägerstoffe zerkleinerter Harnstoff-Formaldehyd-Schaumstoff, Cellulose-, Polystyrol- und Polyvinylchloridteilchen sowie anorganische Stoffe, wie Fällungskieselsäure, Bentonit, Kieselgur oder Ceolithe geeignet. Ferner wurde gefunden, daß sich Trockenreiniger für textile Flächen mit einem hohen Gehalt an Reinigungsfluid und damit hoher Wirksamkeit herstellen lassen, indem zunächst wasserunlösliche organische Lösungsmittel, wie aliphatische Kohlenwasserstoffe, Terpentinkohlenwasserstoffe, Alkylether und Acetate in bekannter Weise unter Zusatz von oberflächenaktiven Stoffen, wie Alkylsulfate, Alkylsulfonate, ethoxilierte Alkohole, Monoglyceride u. a. in Wasser emulgiert werden.

Vor dem Emulgieren werden in der wäßrigen Phase Säuren oder saure Salze, Komplexbildner, wie z. B. Grahamsalz, Amino-tris-(methylenphosphonsäure), Salze der Ethylendiamintetraessigsäure oder Nitrilotriessigsäure gelöst und außerdem noch Duftstoffe und Antistatika, wie z. B. quartäre Ammoniumverbindungen, zugegeben.

Der Emulsion des Typs Öl-in-Wasser wird unter Rühren ein wäßriges Harnstoff-Formaldehyd-Harzsol zugegeben, das den dispersen Anteil umschließt. Die flüssige Reaktionsmischung wird durch die im sauren Bereich (pH 3–5) ablaufenden Kondensationsreaktionen des Harnstoff-Formaldehyd-Harzsols viskos und verfestigt sich schließlich unter Bildung eines festen Schaumes, es sei denn, die Kondensationsreaktion wird im pastösen Zustand des Reaktionsgemisches durch Zugabe von basischen Stoffen abgebrochen. Hierfür sind insbesondere wäßrige Lösungen von Ammoniak und Natriumsulfit geeignet, da sie neben einer Erhöhung des pH-Wertes den bei der Kondensationsreaktion entstehenden freien Formaldehyd binden.

Das resultierende pastöse Produkt, das 85–95 Ma.-% flüssige Phase und davon 20–40 Ma.-% organische Lösungsmittel enthält, wird in einer geeigneten Mischvorrichtung mit sorbierenden Trägerstoffen kombiniert. Als Trägersubstanzen sind organische Materialien, wie gemahlener Harnstoff-Formaldehyd-Schaumstoff (HFS), Cellulose-, Polystyrol- und Polyvinylchloridteilchen sowie anorganische Stoffe wie Fällungskieselsäure, Bentonit, Kieselgur und Ceolithe geeignet. Die Mischung enthält auf 1 Ma.-Teil Trägersubstanz 2–6 Ma.-Teile des erfindungsgemäßen Reaktionsproduktes, so daß im Endprodukt ein Gehalt an flüssiger Phase von 56–81 Ma.-% vorliegt. Ein Teil der flüssigen Phase, insbesondere der Anteil an organischen Lösungsmitteln, ist erfindungsgemäß in Form von Mikrokapseln in eine Harnstoff-Formaldehyd-Festharzhülle eingebettet, die beim Einarbeiten des Trockenreinigers in das textile Gewebe zerplatzen und das Reinigungsfluid freisetzen und damit die reinigende Wirkung entfalten.

Erfolgt die Verfestigung der Reaktionsmischung in geeigneten Behältnissen, resultieren nach der Entformung feste Formkörper. Diese können in Form von Stiften oder Quadern zur Reinigung von textilen Flächen eingesetzt werden.

Dazu werden die Formkörper über das verunreinigte Textilgewebe gerieben, wobei das Reinigungsfluid austritt und den Reinigungsvorgang auslöst.

Nach der Trocknung werden die schmutzbeladenen Harnstoff-Formaldehydteilchen mit dem Staubsauger entfernt.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

Eine Lösung aus 69,5 Ma.-Teilen Wasser, 1,6 Ma.-Teilen Natriumalkylsulfonat, 0,2 Ma.-Teilen ethoxiliertes Alkylphenol, 3 Ma.-Teilen Fettsäuremonoglycerid, 3 Ma.-Teilen Grahamsalz, 0,5 Ma.-Teilen Harnstoff, 0,03 Ma.-Teilen Amino-tris-(methylenphosphonsäure), 3,1 Ma.-Teilen Phosphorsäure der Konzentration von 200 g/l wird mit 17 Ma.-Teilen Terpentinöl (Siedebereich 135–150°C), 20 Ma.-Teilen Benzin (Siedebereich 145–190°C) und 1 Ma.-Teil Duftstoff intensiv verrührt.

Zu der sich bildenden Emulsion werden unter Rühren 30 Ma.-Teile eines Harnstoff-Formaldehyd-Harzsols mit einem Festharzgehalt von 35 Ma.-% und einer Härtezeit von 180 sec gegeben. (Die Herstellung des Harzes erfolgt gemäß DD-PS 68891 Beispiel 1.) Nach etwa 10 min wird der pastöse Zustand der Reaktionsmischung erreicht und die Kondensationsreaktion unter Zusatz von 5 Ma.-Teilen einer 5%igen wäßrigen NH_3 -Lösung abgebrochen. Das Reaktionsprodukt wird anschließend in einem Knetter mit 70 Ma.-Teilen gemahlener Harnstoff-Formaldehydschaumstoff intensiv vermischt und abgepackt.

Zur Anwendung werden je nach Art des Teppichs oder der textilen Fläche 20–50 g/m² des Trockenreinigers eingesetzt. Sie werden mit einer Bürste intensiv in den angeschmutzten Teppich eingerieben und nach einer Trockenzeit von 30 min mit einem Staubsauger entfernt. Die visuelle Einschätzung des gesäuberten Teppichs zeigt einen deutlichen Reinigungseffekt und eine Farbauffrischung.

Beispiel 2

15 Ma.-Teile Benzin (Siedebereich 145–190°C), 10 Ma.-Teile Perchlorethylen, 10 Ma.-Teile einer 50%igen wäßrigen Lösung des Natriumsalzes einer Alkylbenzolsulfonsäure, 0,5 Ma.-Teile einer 10%igen wäßrigen Lösung von Amino-tris-(Methylenphosphonsäure) werden intensiv verrührt. Zu der entstandenen Emulsion des Typs Öl-in-Wasser werden unter Rühren 25 Ma.-Teile eines gemäß DD-PS 68891 Beispiel 1 hergestellten Harnstoff-Formaldehyd-Harzsols gegeben.

Die flüssige Reaktionsmischung wird in eine zylindrische Form gegeben und verfestigt sich durch die Kondensationsreaktion. Nach der Entformung werden zylindrische Körper (Durchmesser 5 cm, Höhe 10 cm) erhalten, mit deren Hilfe durch Abreiben, Trocknen und Absaugen der abgeriebenen Partikel Verunreinigungen auf Teppichen und Polstermöbeln entfernt werden. Die Reinigung des textilen Gewebes erfolgt derart, daß verschmutzte Bereiche mit dem Formkörper behandelt werden, wobei die Reinigungslösung austritt und die Trägersubstanz abgerieben wird.

Nach einer Trockenzeit von 30 min wird der mit Schmutz beladene Trägerstoff abgesaugt. Die visuelle Einschätzung des gesäuberten Gewebes zeigt einen deutlichen Reinigungseffekt und eine Farbauffrischung.

Beispiel 3

20 Ma.-Teile einer Benzinfraktion mit dem Siedebereich von 145–190°C und 10 Ma.-Teile Perchlorethylen werden intensiv mit 20 Ma.-Teile einer 5%igen wäßrigen Lösung des Natriumsalzes einer Alkylsulfonsäure, wobei der Alkylrest 15 C-Atome enthält, 1,5 Ma.-Teile einer 30%igen wäßrigen Lösung von Amino-tris-(methylenphosphonsäure) und 5 Ma.-Teile einer 10%igen wäßrigen Lösung von Natriumsulfit verrührt. Zu der entstehenden Emulsion werden 25 Ma.-Teile eines Harnstoff-Formaldehyd-Harzsols, das gemäß DD-PS 68891 hergestellt wurde, gegeben. Bei beginnender Verfestigung wird mit wäßriger Ammoniaklösung ein pH-Wert von 7,0 eingestellt. Das Reaktionsprodukt wird anschließend in einem Mischer mit 35 Ma.-Teilen Cellulosepulver intensiv vermischt und abgepackt. Zur Reinigung werden 30–50 g des Produktes pro m² Teppichfläche intensiv in den verschmutzten Teppich eingearbeitet. Nach der Trocknung und dem Absaugen wird ein deutlicher Reinigungseffekt sichtbar und die Farben frischen auf.