



EP 1 512 759 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
05.03.2008 Patentblatt 2008/10

(51) Int Cl.:
C14C 9/02 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **03017794.3**

(22) Anmeldetag: **04.08.2003**

(54) Zusammensetzung zur Behandlung von Leder

Composition for the treatment of leather

Composition pour le traitement de cuir

(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**

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

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
09.03.2005 Patentblatt 2005/10

(74) Vertreter: **Muley, Ralf et al**
DyStar Textilfarben GmbH & Co. Deutschland KG
Patent- und Lizenzen
Industriepark Hoechst
Gebäude B 598
65926 Frankfurt (DE)

(73) Patentinhaber: **DyStar Textilfarben GmbH & Co.**
Deutschland KG
65926 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:

- **Breitsamer, Michael, Dr.**
82538 Geretsried (DE)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

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.

5 **[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 Hydrophobierwirkung bei Leder erreicht wird.

10 **[0003]** Häufig reicht die Hydrophobierwirkung herkömmlicher Hydrophobiermittel 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.

15 **[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.

20 **[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.

25 **[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.

30 **[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.

35 **[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

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

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

50 **[0010]** 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.

55 **[0011]** 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.

[0012] In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Zusammensetzung ist das α, ω -Dihydroxypoly-

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 500 mPas. Siloxane mit dieser Viskosität ergeben, insbesondere hinsichtlich der Hydrophobierwirkung und den weichmachenden Eigenschaften, besonders vorteilhafte erfindungsgemäße Zusammensetzungen.

[0013] Zur Herstellung des in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung vorliegenden Phosphorsäureestergemisches können in der Phospatierungsreaktion mehrere, voneinander verschiedene C10-C40-Alkohole verwendet werden. Insbesondere kann es sich um primäre Alkohole handeln. Beispiele der Alkohole sind (i) ungesättigte, insbesondere einfache 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).

[0014] 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.

[0015] 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.

[0016] 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.

[0017] Die Herstellung des in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung verwendeten Phosphorsäureestergemisches kann dadurch erfolgen, dass 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 Phospatierungsmittel, beispielsweise P_2O_5 , eingebracht. Die Phospatierungsreaktion 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 Phospatierungsreaktion 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.

[0018] 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.

[0019] Die Menge des Siloxans beträgt günstigerweise 50 Gew.-% bis 60 Gew.-%, bezogen auf das in der Phospatierungsreaktion eingesetzte Gemisch der OH-Komponenten. Den Rest auf 100 Gew.-%, bezogen auf das in der Phospatierungsreaktion 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.

[0020] 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.

[0021] 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 Hydrophobierwirkung 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 Akyl-Rest

5 einer gesättigten oder ungesättigten Fettsäure mit 9 bis 20 C-Atomen am Aminstickstoff, das gegebenenfalls zusätzlich durch Methyl substituiert sein kann, wobei als Salze Alkalosalze, 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 Hydrophobierwirkung 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 Hydrophobierwirkung führen. Das sind z.B. niedrig ethoxylierte Phosphorsäureester auf Oleyl- oder Talgfett-Basis mit 3 bis 5 Mol Ethylenoxid oder nicht bzw.

10 niedrig ethoxylierte Sulfosuccinate auf Kokos- oder Talgfett-Basis. Ebenso geeignet ist Laurylsulfat bzw. deren niedrig ethoxylierte Derivate.

15 **[0022]** Die Menge des Emulgators in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung beträgt 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise etwa 2,5 Gew.-%.

20 **[0023]** 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.

25 **[0024]** 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.

30 **[0025]** 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 Hydrophobierwirkung 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 acrylatbasierten 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.

35 **[0026]** 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.

40 **[0027]** 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.

45 **[0028]** 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.

50 **[0029]** Die Erfindung wird nachfolgend anhand der Beispiele näher erläutert, ohne sie jedoch darauf einzuschränken.

55 Beispiel 1: Herstellung einer erfindungsgemäßen Zusammensetzung

[0030] Alle Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht

| | | | |
|--------|---|--|--|
| 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 | |
| 5 | 0,9 % gesättigter Fettalkohol C 12/C 14 | im Dreihalskolben vorlegen und auf 38 - 40 °C erwärmen. | |
| 10 | 1,8 % Phosphorpentoxid | Dann vorsichtig einstreuen. Die Reaktion verläuft exotherm, Temp. steigt auf 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 | |
| 15 | 24,3 % Mineralöl | | |
| | 5,0 % Wollfett | | |
| | 2,3 % Oleoysarcosid | und | |
| 15 | 8,8 % Kalilauge 50 % | in den fertigen Ester einrühren. Bei 43-47 °C verrühren bis homogen. Dann ohne Heizung | |
| 20 | 4,2 % Butylglykol | einrühren. Dann mit | |
| | 30,5 % deionisiertes Wasser | unter intensivem Rühren eine Emulsion aufbauen (das Wasser portionsweise, langsam zugeben). Anschließend portionsweise | |
| 20 | 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) | |
| 25 | 100% | | |

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

30 [0031] Hydrophobierung Standardrezeptur/ungefärbt
ab wet-blue mit Chromfixierung
Originalstärke

35 Arbeitsgang:

Faßgeschwindigkeit: ca. 30 Upm für kleine Fässer

[0032] Angaben: Flotte und Menge in % bezogen auf Streifengewicht Zeit in min

| | Flotte T | Menge Produkt | Zeit | Bemerkung |
|----|-----------------------------------|------------------------------------|------|----------------------------|
| 40 | OHNE NACHGERBUNG/Reine Chromleder | | | |
| | alle Streifen in einem Faß | | | |
| | Waschen | | | |
| 45 | 200 35 °C | | 10 | Flottenwechsel |
| | Neutralisation | | | |
| | 100 35 °C | 1,0 Natriumformiat | 15 | |
| | | 1,5 Natriumbicarbonat | 90 | Flottenwechsel, pH ca. 6,0 |
| | Waschen | | | |
| 50 | 200 50 °C | | 10 | Flottenwechsel |
| | Hydrophobierung | | | |
| | 150 50 °C | 8,0 HYDROPHOBIERUNGSMITTEL | | |
| | | in der Gesamtflotte (150%) anlösen | | |

(fortgesetzt)

5 Hydrophobierung
 0,2 Ammoniak 25 % 60
 ca. 1,0 Ameisensäure 85 % 40 pH ca. 3,5
 3,0 basischer Chromsulfatgerbstoff 150 Flottenwechsel

10 Waschen
 200 50 °C 10 Flottenwechsel
 Waschen
 200 20 °C 10 Flottenwechsel

15 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,

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

[0033]

25 Waschen
 200 35 °C 10 Flottenwechsel
 Neutralisation
 100 35 °C 1,0 Natriumformiat 15
 1,5 Natriumbicarbonat 90 Flottenwechsel, pH ca. 6,0
 30 Waschen
 200 50 °C 10 Flottenwechsel
 Nachgerbung
 100 45 °C 5,0 synthetischer Gerbstoff
 3,0 Mimosa
 35 2,0 Kastanie 90
 0,2 Ameisensäure 85% 15 Flottenwechsel
 Waschen
 200 50 °C 10 Flottenwechsel
 Streifen auf die kleinen Fässer aufteilen
 40 Hydrophobierung
 150 50 °C 8,0 HYDROPHOBIERUNGSMITTEL
 in der Gesamtflotte (150 %) anlösen
 0,2 Ammoniak 25% 60
 45 ca. 1,0 Ameisensäure 85 % 40 pH ca. 3,5
 3,0 basischer Chromsulfatgerbstoff 150 Flottenwechsel
 Waschen
 200 50 °C 10 Flottenwechsel

50

55

(fortgesetzt)

Waschen

200 20 °C

10

Flottenwechsel

5

Lederstreifen auf Bock,
Vacuumieren bei 65-80 °C 2 min.
Austrocknen im Trockenraum bei 35 °C.
Über Nacht im Klimaraum konditionieren bei 60 % Luftfeuchte.
Stoffen 2-mal bei Stufe 12

10 Stollen 2-mal bei Stufe 12.

Endbeurteilung

[0034] Die nach den Beispielen 2 und 3 hergestellte Leder waren voll, weich, hatten eine angenehmen Griff und wiesen keinen negativen gummiaartigen Griff auf. Des weiteren zeigten sie eine ausgezeichnete Hydrophobierung.

Patentansprüche

20 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-alkylsiloxy mit einer Viskosität bei 25° C von 200 mPas bis 20 000 mPas und/oder α,ω -Dihydroxyalkylpoly-C1-C4-alkylsiloxy 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_2O_5 ist.

30 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 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.

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

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

enthält.

- 5
9. Verfahren zur Herstellung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei das Phosphorsäure-estergemisch 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.

10

Claims

1. Composition for the treatment of leather, comprising
 - 15 a) 20% by weight to 30% by weight, based on the composition, of a phosphoric acid ester mixture obtainable by reacting a phosphating agent with a mixture containing α,ω -dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxane having a viscosity at 25°C of 200 mPa·s to 20 000 mPa·s and/or α,ω -dihydroxyalkylpoly-C1-C4-alkylsiloxane having a viscosity of 40 mPa·s to 300 mPa·s and furthermore C10-C40 alcohol and/or C10-C40 alcohol having 0.5 to 10 mol of units derived from alkylene oxide and
 - 20 b) 20% by weight to 35% by weight, based on the composition, of oil and/or wax.
2. Composition according to Claim 1, the phosphating agent being P_2O_5 .
3. Composition according to either of the preceding claims, the α,ω -dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxane being the compound α,ω -dihydroxypolydimethylsiloxane.
4. Composition according to any of the preceding claims, the viscosity of the α,ω -dihydroxypoly-C1-C4-alkylsiloxane being 500 mPa·s
- 30 5. Composition according to any of the preceding claims, the C10-C40-alcohol being selected from C12-C20 unsaturated fatty alcohol, saturated branched or straight-chain C20-C40-alcohol, saturated C10-C18-alcohol or mixtures of 2 or more thereof.
6. Composition according to any of the preceding claims, the C10-C40-alcohol having 0.5 to 10 mol of units derived from alkylene oxide being selected from C12-C20 unsaturated fatty alcohols, saturated branched or straight-chain C20-C40-alcohol, saturated C10-C18-alcohol, which in each case have been reacted with 0.5 to 10 mol of alkylene oxide, or mixtures of 2 or more thereof.
- 40 7. Composition according to any of the preceding claims, the phosphoric acid ester mixture being the reaction product of a phosphating agent with a mixture of

A mixture of unsaturated C12-C20-fatty alcohols, preferably cetyl alcohol/oleyl alcohol in the ratio 1:1, optionally ethoxylated with 0.5 to 10 mol of ethylene oxide, preferably 3.5 mol of ethylene oxide;

B saturated branched or straight-chain C20-C40-alcohol, preferably C30-C38 Guerbet alcohol;

C saturated fatty alcohol having an average chain length of C10-C18, and

D α,ω -dihydroxypolydimethylsiloxane having a viscosity at 25°C of 200 mPa·s to 20 000 mPa·s, preferably 500 mPa·s.
8. Composition according to any of the preceding claims, which furthermore contains up to 5% by weight of emulsifier.
- 50 9. Process for the preparation of a composition according to any of Claims 1 to 8, the phosphoric acid ester mixture a), the oil and/or wax b) and optionally the emulsifier being mixed and water then being added.
10. Use of the composition according to any of Claims 1 to 8 for imparting water repellency to leather and/or softening leather.

Revendications

1. Composition pour le traitement du cuir, comprenant

- 5 a) 20% en poids à 30% en poids, par rapport à la composition, d'un mélange d'esters de l'acide phosphorique, pouvant être obtenu par transformation d'un agent de phosphatation avec un mélange, contenant de l' α,ω -dihydroxypoly-C₁-C₄-alkylsiloxane présentant une viscosité à 25°C de 200 mPa.s à 20 000 mPa.s et/ou de l' α,ω -dihydroxyalkylpoly-C₁-C₄-alkylsiloxane présentant une viscosité de 40 mPa.s à 300 mPa.s ainsi qu'en outre un alcool en C₁₀-C₄₀ et/ou un alcool en C₁₀-C₄₀ comprenant 0,5 à 10 moles d'unités dérivées d'un oxyde d'alkylène et
- 10 b) 20% en poids à 35% en poids, par rapport à la composition, d'huile et/ou de cire.

2. Composition selon la revendication 1, l'agent de phosphatation étant le P₂O₅.

- 15 3. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, où l' α,ω -dihydroxypoly-C₁-C₄-alkylsiloxane est le composé α,ω -dihydroxypolydiméthylsiloxane.
4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, la viscosité de l' α,ω -dihydroxypoly-C₁-C₄-alkylsiloxane étant de 500 mPa.s.

- 20 5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, l'alcool en C₁₀-C₄₀ étant choisi parmi un alcool gras insaturé en C₁₂-C₂₀, un alcool saturé, ramifié ou non ramifié en C₂₀-C₄₀, un alcool saturé en C₁₀-C₁₈ ou les mélanges de 2 de ceux-ci ou plus.

- 25 6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, l'alcool en C₁₀-C₄₀ comprenant 0,5 à 10 moles d'unités dérivées d'un oxyde d'alkylène étant choisi parmi les alcools gras insaturés en C₁₂-C₂₀, un alcool saturé, ramifié ou insaturé en C₂₀-C₄₀, un alcool saturé en C₁₀-C₁₈, qui sont à chaque fois transformés avec 0,5 à 10 moles d'un oxyde d'alkylène, ou les mélanges de 2 de ceux-ci ou plus.

- 30 7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, le mélange d'esters de l'acide phosphorique étant le produit de transformation d'un agent de phosphatation avec un mélange

A d'un mélange d'alcools gras insaturés en C₁₂-C₂₀, de préférence un mélange alcool cétylique/oléyleux dans un rapport 1:1, le cas échéant éthoxylé avec 0,5 à 10 moles d'oxyde d'éthylène, de préférence 3,5 moles d'oxyde d'éthylène ;

35 B d'un alcool saturé, ramifié ou non ramifié en C₂₀-C₄₀, de préférence un alcool de Guerbet en C₃₀-C₃₈ ;

C d'un alcool gras saturé présentant une longueur moyenne de chaîne de C₁₀-C₁₈, et

D d'un α,ω -dihydroxypolydiméthylsiloxane présentant une viscosité à 25°C de 200 mPa.s à 20 000 mPa.s, de préférence de 500 mPa.s.

- 40 8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, contenant en outre jusqu'à 5% en poids d'émulsifiant.

- 45 9. Procédé pour la préparation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, le mélange d'esters de l'acide phosphorique a) étant mélangé avec l'huile et/ou la cire b) et le cas échéant l'émulsifiant, puis de l'eau étant ajoutée.

10. Utilisation de la composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 pour hydrofuger et/ou assouplir le cuir.

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 1087021 A1 **[0006]**
- EP 0213480 A2 **[0021]**