



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102753750 B

(45) 授权公告日 2014. 07. 30

(21) 申请号 201180008680. 6

C11D 1/02 (2006. 01)

(22) 申请日 2011. 02. 07

C11D 1/722 (2006. 01)

(30) 优先权数据

2010-025268 2010. 02. 08 JP

(56) 对比文件

JP 特开平 10-324892 A, 1998. 12. 08,

JP 特开 2001-3263 A, 2001. 01. 09,

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2012. 08. 08

审查员 关跃

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2011/052467 2011. 02. 07

(87) PCT国际申请的公布数据

W02011/096553 JA 2011. 08. 11

(73) 专利权人 花王株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 佐藤智哉 井上胜久 野村真人

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司

公司 11322

代理人 龙淳

(51) Int. Cl.

D06L 1/00 (2006. 01)

权利要求书2页 说明书12页

(54) 发明名称

纤维用精练剂组合物

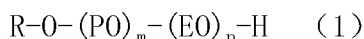
(57) 摘要

本发明涉及一种纤维用精练剂组合物, 该纤维用精练剂组合物含有特定的非离子表面活性剂, 该非离子表面活性剂具有碳原子数为 8~14 的一级直链饱和烃基的化合物的比例为 80 摩尔%以上, 并且具有以氧化丙烯、氧化乙烯的顺序将氧化丙烯、氧化乙烯嵌段结合于烃基的结构。进一步, 本发明涉及用该组合物来精练纤维的方法。另外, 本发明还涉及该组合物的纤维精练用途。

1. 一种纤维用精练剂组合物,其中,

所述纤维用精练剂组合物含有(A)以下述通式(1)表示的非离子表面活性剂,以下将其称为(A)成分,

在(A)成分中,通式(1)中的R为碳原子数为8~14的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为80摩尔%以上,R为碳原子数为8~10的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为5~95摩尔%,并且R为碳原子数为11~14的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为5~95摩尔%,



式中,R表示碳原子数为6~24的烃基,PO表示丙烯氧基,E0表示乙烯氧基,m为丙烯氧基的平均加成摩尔数并且为0.5~5的数,n为乙烯氧基的平均加成摩尔数并且为3~30的数;另外,(PO)_m、(EO)_n按该顺序进行嵌段结合。

2. 如权利要求1所述的纤维用精练剂组合物,其中,

在(A)成分中,通式(1)中的R为正十二烷基的非离子表面活性剂的比例为5~95摩尔%。

3. 如权利要求1或2所述的纤维用精练剂组合物,其中,

在(A)成分中,通式(1)中的R为除了正十二烷基以外的碳原子数为11~14的烃基的非离子表面活性剂的比例为0~30摩尔%。

4. 如权利要求1或2所述的纤维用精练剂组合物,其中,

在(A)成分中,通式(1)中的R为碳原子数为8~14的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为90摩尔%以上。

5. 如权利要求1或2所述的纤维用精练剂组合物,其中,

在(A)成分中,通式(1)中的R为碳原子数为8~10的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为20~80摩尔%,并且R为碳原子数为11~14的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为20~80摩尔%。

6. 如权利要求1或2所述的纤维用精练剂组合物,其中,

在(A)成分中,通式(1)中的R为正十二烷基的非离子表面活性剂的比例为30~70摩尔%,并且R为除了正十二烷基以外的碳原子数为11~14的烃基的非离子表面活性剂的比例为0~5摩尔%。

7. 如权利要求1或2所述的纤维用精练剂组合物,其中,

在(A)成分中,通式(1)中的m为1~3的数,n为5~15的数。

8. 如权利要求1或2所述的纤维用精练剂组合物,其中,

在(A)成分中,通式(1)中的R为正辛基的非离子表面活性剂的比例为5~95摩尔%。

9. 如权利要求1或2所述的纤维用精练剂组合物,其中,

进一步含有(B)阴离子表面活性剂,以下将其称为(B)成分。

10. 如权利要求9所述的纤维用精练剂组合物,其中,

(A)成分的含量为10~80质量%, (B)成分的含量为0.5~50质量%。

11. 如权利要求9所述的纤维用精练剂组合物,其中,

(A)成分的含量为15~70质量%, (B)成分的含量为5~30质量%。

12. 如权利要求10或11所述的纤维用精练剂组合物,其中,

(A)成分和(B)成分的合计含量在组合物中为 55 ~ 100 质量 %。

13. 如权利要求 1 或 2 所述的纤维用精练剂组合物,其中,
进一步含有水,水的含量为 45 质量 % 以下。

14. 一种精练纤维的方法,其中,
所述方法包括用权利要求 1 ~ 13 中任一项所述的组合物来处理纤维。

15. 权利要求 1 ~ 13 中任一项所述的组合物的精炼纤维的用途。

纤维用精练剂组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及在为了改善棉等天然纤维和聚酯等合成纤维以及这些的混合纤维产品等的漂白、染色、最后加工等效果而除去各种夹杂物的工序中所使用的纤维用精练剂组合物。

背景技术

[0002] 在天然纤维例如植物纤维中作为夹杂物存在着树脂、蜡成分等施胶剂等,在动物纤维中作为夹杂物存在着脂肪、胶体物质等施胶剂等,另外,在聚酯合成纤维布料中作为夹杂物存在着在纺丝阶段添加的大量的石蜡或丙烯酸酯类、聚乙烯醇类等施胶剂等,如果在精练工序中没有完全除去这些夹杂物的话,则会牵涉到干燥工序中的发烟或漂白、染色、最后加工不均匀。

[0003] 在该精练工序中,作为现有的精练剂主要使用非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、这些的混合物。例如,作为非离子表面活性剂类的精练剂,已知有烷基苯酚或高级醇的氧化丙烯(以下简称为 PO)或氧化乙烯(以下简称为 EO)加成物,具体来说,在专利文献 1、2 中公开有分别特定的芳香族以及脂肪族醇的 EO·PO·EO 的三嵌段加成物,在专利文献 3 中公开有特定的醇的 PO·EO·PO 的三嵌段加成物。这些都是以低泡性、高渗透性为目的。另外,在专利文献 4 中公开了在用 EO、PO 无规加成特定的醇之后,以特定的比率并用加成了 EO 的非离子表面活性剂和阴离子表面活性剂精练剂组合物,并且记载有高浓度或者低温下的粘度低。

[0004] 在上述中,专利文献 1 是日本特公昭 62-54840,专利文献 2 是日本特开昭 47-9561,专利文献 3 是日本专利公报 2575236,专利文献 4 是日本特开平 8-60532。

发明内容

[0005] 本发明涉及一种纤维用精练剂组合物,该纤维用精练剂组合物含有(A)以下述通式(1)表示的非离子表面活性剂[以下,称为(A)成分],并且在(A)成分中,通式(1)中的 R 为碳原子数为 8~14 的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为 80 摩尔 % 以上。

[0006]
$$R-O-(PO)_m-(EO)_n-H \quad (1)$$

[0007] [式中, R 表示碳原子数为 6~24 的烃基, PO 表示丙烯氧基, EO 表示乙烯氧基。m 为丙烯氧基的平均加成摩尔数并且为 0.5~5 的数, n 为乙烯氧基的平均加成摩尔数并且为 3~30 的数。另外, (PO)_m、(EO)_n 按该顺序进行嵌段结合。]

[0008] 进一步,本发明提供包括用上述组合物处理纤维的精练纤维的方法和上述组合物精练纤维的用途。

具体实施方式

[0009] 因为具有烷基苯酚基,所以从原料的天然化的观点出发,不优选专利文献 1 所记载的烷基苯酚的 EO 或者 PO 加成物,专利文献 2 和专利文献 3 中记载的非离子表面活性剂

虽然有低起泡性,但是在强碱条件下的精练性差。另外,专利文献 4 的精练剂组合物并用阴离子表面活性剂且能够高浓度化,但是在强碱条件下的精练性还不充分,从而希望作进一步的改良。

[0010] 即,未曾得到以下的精练剂组合物,即使在强碱条件下也具有优异的精练性、低起泡性,并且在并用了阴离子表面活性剂的时候能够对有效成分进行浓缩化。

[0011] 根据本发明,能够提供即使在强碱条件下也具有优异的精练性、低起泡性,并且在并用阴离子表面活性剂的时候能够对有效成分进行浓缩化的精练剂组合物。

[0012] 本发明的(A)成分是以上述通式(1)表示的聚氧化烯型的非离子表面活性剂,在本发明的(A)成分中,通式(1)中的 R 为碳原子数为 8~14 的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为 80 摩尔 % 以上。在通式(1)中, R 表示碳原子数为 6~24、优选碳原子数为 8~18 的烃基。作为该烃基,可以列举直链或者支链的烷基、直链或者支链的烯基、可以烷基或者烯基置换的芳香族烃基等,从在强碱条件下的精练性的观点以及环境安全性的观点出发,优选选自直链或者支链的烷基以及直链或者支链的烯基中的基团,更加优选选自直链烷基以及直链烯基中的基团,特别优选直链烷基。从环境安全性的观点出发,优选来自于辛醇、癸醇、月桂醇、肉豆蔻醇等天然高级醇的基团。(A)成分优选含有 2 种以上的 R 的碳原子数不同的化合物。

[0013] 在本发明中,在(A)成分中,通式(1)中的 R 为碳原子数为 8~14 的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例为 80 摩尔 % 以上,从精练性的观点出发,优选为 90 摩尔 % 以上,更加优选为 95 摩尔 % 以上。

[0014] 另外,在本发明中,从在强碱条件下的精练性的观点出发,在(A)成分中通式(1)中的 R 为碳原子数为 8~10 的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例优选为 5~95 摩尔 %、更优选为 10~90 摩尔 %、进一步更优选为 20~80 摩尔 %,并且 R 为碳原子数为 11~14 的一级直链饱和烃基的非离子表面活性剂的比例优选为 5~95 摩尔 %、更优选为 10~90 摩尔 %、进一步更优选为 20~80 摩尔 %。

[0015] 另外,在本发明中,从在强碱条件下的精练性以及作为精练剂的高浓度化的观点出发,在(A)成分中通式(1)中的 R 为正辛基的非离子表面活性剂的比例优选为 5~95 摩尔 %、更优选为 10~90 摩尔 %、更优选为 25~75 摩尔 %、更优选为 30~70 摩尔 %。从同样的观点出发,通式(1)中的 R 为正十二烷基的非离子表面活性剂的比例优选为 5~95 摩尔 %、更优选为 10~90 摩尔 %、更优选为 25~75 摩尔 %、更优选为 30~70 摩尔 %。此外,在本发明中,从在强碱条件下的精练性以及作为精练剂的高浓度化的观点出发,(A)成分优选包含通式(1)中的 R 为正辛基的非离子表面活性剂和 R 为正十二烷基的非离子表面活性剂这两者,两者合计的比例在(A)成分中优选为 10~100 摩尔 %、更优选为 20~100 摩尔 %、更优选为 50~100 摩尔 %、更优选为 60~100 摩尔 %。

[0016] 另外,在本发明中,从在强碱条件下的精练性以及作为精练剂的高浓度化的观点出发,在(A)成分中通式(1)中的 R 为碳原子数为 9~10 的烃基的非离子表面活性剂的比例优选为 0~30 摩尔 %、更优选为 0~20 摩尔 %、更优选为 0~10 摩尔 %、更优选为 0~5 摩尔 %。从同样的观点出发,通式(1)中的 R 为碳原子数为 11~14 的烃基(但是正十二烷基除外)的非离子表面活性剂的比例优选为 0~30 摩尔 %、更优选为 0~20 摩尔 %、更优选为 0~10 摩尔 %、更优选为 0~5 摩尔 %。

[0017] 构成(A)成分的聚氧化烯部从通式(1)中的R侧以平均加成摩尔数为0.5~5摩尔的PO、平均加成摩尔数为3~30摩尔的EO的顺序进行嵌段加成。如果PO的平均加成摩尔数m为0.5以上的话,则起泡性变得恰当;如果m为5以下的话,则精练性变得良好。另外,如果EO的平均加成摩尔数n为3以上的话,则精练性良好,并且如果n为25以下的话,则起泡性变得恰当。从上述起泡性以及精练性的观点出发,m优选为0.8~4、进一步优选为1~3。与m同样的观点出发,n优选为4~20、进一步优选为5~15、更加优选为6~12。另外,通过从R侧形成 $(PO)_m$ 、 $(EO)_n$ 的嵌段结构,从而能够成为在精练性、低起泡性方面表现优异的精练剂组合物,并且在并用阴离子表面活性剂的时候有效成分的浓缩化将变得容易。(A)成分是以R-OH(R为碳原子数为6~24的烷基)所表示的醇的混合物,也可以是在该混合物中将规定量的氧化丙烯和氧化乙烯以该顺序加成为R为碳原子数为8~14的直链饱和烷基的伯醇的比例为80摩尔%以上的醇混合物上的非离子表面活性剂。

[0018] 通式(1)的非离子表面活性剂例如能够通过以下的制造方法而得到。另外,除此以外,也可以适用混合通过以下的制造方法所制得的表面活性剂的方法、根据以下的制造方法制造通式(1)中的R为特定的烷基的非离子表面活性剂之后将其与R不同的烷基的非离子表面活性剂混合的方法来获得。

[0019] 在能够进行加热、冷却操作、减压、加压操作并且具备原料投入口、产品取出口、氧化烯烃以及氮的导入管、搅拌装置、温度计、压力计的反应器中投入规定量的对应于本发明的通式(1)中的R的醇例如脂肪族醇,接着,在投入了固体状的氢氧化钾或者氢氧化钠、或者它们的水溶液等碱催化剂或者公知的酸催化剂之后,进行氮置换并在从常温到110℃的温度范围内进行减压脱水。接着,在80~180℃下依次导入规定量的氧化丙烯和氧化乙烯,使之加成。

[0020] 在所述加成反应操作过程中,更优选在导入了规定量的氧化丙烯和氧化乙烯之后,进行降低压力并继续反应直至压力变得一定的操作(熟成操作)。此外,可以相对于所获得的反应粗产物添加适当量的公知的酸或者碱来中和催化剂,从而获得目标成分。另外,在中和操作中,还能够使用碱吸附剂或者酸吸附剂来除去催化剂。

[0021] 本发明的精练剂组合物作为(B)成分优选含有阴离子表面活性剂。阴离子表面活性剂有助于在强碱条件下提高精练性。作为(B)成分的具体例子,可以列举饱和或者不饱和脂肪酸、饱和或者不饱和醇的硫酸酯、聚氧化烯烷基硫酸酯、聚氧化烯烷基单和二磷酸酯以及它们的盐等。

[0022] 其中,优选聚氧化烯烷基醚的磷酸酯、聚氧化烯烷基醚的硫酸酯,具体来说,优选聚氧化烯烷基硫酸酯、聚氧化烯烷基单和二磷酸酯、以及它们的碱金属、碱土类金属等无机盐、有机碱的盐,其中更加优选用碱金属的氢氧化物、有机碱部分或者完全中和的盐。

[0023] (A)成分可以直接用作本发明的精练剂组合物。另外,本发明的精练剂组合物可以是优选含有10~100质量%的(A)成分、更优选含有20~100质量%的(A)成分、进一步优选含有30~100质量%的(A)成分的组合物。

[0024] 在本发明的精练剂组合物含有(A)成分和(B)成分的情况下,(A)成分在组合物中的含量优选为10~80质量%、更加优选为15~70质量%,另外,(B)成分在组合物中的含量优选为0.5~50质量%、更优选为3~40质量%、进一步更优选为5~30质量%。在此情况下,(A)成分和(B)成分的合计含量在组合物中优选为25~100质量%,更加优选为50~100质量%,

特别优选为 55~100 质量 %。

[0025] 本发明的精练剂组合物也可以含有水。水的含量优选为 0~75 质量 %。现有的精练剂作为水以外的有效成分的浓度为 15~50 质量 % 左右的水溶液流通,但是在本发明中,因为即使在进一步提高有效成分浓度的情况下也为低粘度,所以能够在不损害操作性的情况下实现小型化。因此,水的含量优选为 50 质量 % 以下,特别优选为 45 质量 % 以下。

[0026] 本发明的精练剂组合物因为是低起泡性,所以对于液流染色机、高温高压染色机等需要注意泡沫产生的精练也是优选的。

[0027] 另外,在本发明的精练剂组合物中根据需要能够混合或者并用聚氧乙烯烷基醚等其它的非离子表面活性剂、乙二胺四乙酸(EDTA)、氨三乙酸(NTA)、聚(甲基)丙烯酸、(甲基)丙烯酸·马来酸共聚物等螯合分散剂、苏打灰、苛性钠等碱助洗剂以及聚氧化烯醚类、硅油类、矿物油类等消泡剂等药剂。

[0028] 本发明的精练剂组合物配合布中所含污垢,用通常精炼工序中所使用的水和 / 或其它溶剂稀释成为有效成分浓度、即(A)成分浓度或者(A)成分和(B)成分的总计浓度为 0.1~10g/L、根据需要的碱助洗剂为 0.2~5g/L、螯合剂为 0.05~5g/L 来进行使用。

[0029] 本发明的精练剂组合物能够适用于棉、麻、羊毛等天然纤维;聚酯、尼龙、人造纤维、三醋酸酯等化学合成织物纤维;以及这些的混纺交织纤维。精练方法可以是通常的间歇处理、连续处理的任意一种,精练温度根据纤维的种类,但是通常为室温~140℃,优选为 50~130℃。

[0030] 实施例

[0031] 关于本发明的实施用以下的实施例来进行说明。实施例是对于本发明的例示进行说明,并没有限定本发明。

[0032] 以下表示在实施例、比较例中使用的非离子表面活性剂的制造例以及比较制造例(分别将“非离子表面活性剂(14)”以及“聚氧乙烯(平均加成摩尔数为 2.0)月桂基醚硫酸·钠盐”权宜地作为比较制造例 6、制造例 9 来表示)。在以下,“Cp”是指碳原子数为 p 的直链一级饱和烃基,“Cp-OH”表示具有碳原子数为 p 的直链饱和烃基的伯醇。

[0033] 制造例 1:非离子表面活性剂(1)的制造

[0034] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 2098,花王株式会社制造)93.2g 的混合醇(C8-OH/C12-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0035] 在氮置换之后,升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃之后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而获得本发明的非离子表面活性剂(1) [在通式(1)中, R :C8/C12=50/50 (摩尔比), m=2.5, n=7]。

[0036] 制造例 2:非离子表面活性剂(2)的制造

[0037] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)65.1g 以及碳原子数为 12

的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 2098,花王株式会社制造)93.2g的混合醇(C8-OH/C12-OH=50/50(摩尔比))、氢氧化钾1.1g,在110℃、1.3kPa(绝对压)下进行30分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0038] 在氮置换之后,升温至125℃并导入145.2g氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至150℃并导入660.8g氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至80℃后,将1.8g乳酸加入高压釜内,并在80℃下搅拌30分钟之后进行提取,从而获得本发明的非离子表面活性剂(2)[在通式(1)中,R:C8/C12=50/50(摩尔比),m=2.5,n=15]。

[0039] 制造例3:非离子表面活性剂(3)的制造

[0040] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为8的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)32.6g、碳原子数为10的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL1098,花王株式会社制造)39.6g、碳原子数为12的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 2098,花王株式会社制造)46.6g以及碳原子数为14的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 4098,花王株式会社制造)53.6g的混合醇(C8-OH/C10-OH/C12-OH/C14-OH=25/25/25/25(摩尔比))、氢氧化钾1.1g,在110℃、1.3kPa(绝对压)下进行30分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0041] 在氮置换之后,升温至125℃并导入145.2g氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至150℃并导入440.5g氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至80℃后,将1.8g乳酸加入高压釜内,并在80℃下搅拌30分钟之后进行提取,从而获得本发明的非离子表面活性剂(3)[在通式(1)中,R:C8/C10/C12/C14=25/25/25/25(摩尔比),m=2.5,n=10]。

[0042] 制造例4:非离子表面活性剂(4)的制造

[0043] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为8的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)58.6g、碳原子数为12的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL2098,花王株式会社制造)83.8g、碳原子数为16的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 6098,花王株式会社制造)12.1g以及碳原子数为18的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 8098,花王株式会社制造)13.5g的混合醇(C8-OH/C12-OH/C16-OH/C18-OH=45/45/5/5(摩尔比))、氢氧化钾1.1g,在110℃、1.3kPa(绝对压)下进行30分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0044] 在氮置换之后,升温至125℃并导入145.2g氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至150℃并导入308.4g氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至80℃后,将1.8g乳酸加入高压釜内,并在80℃下搅拌30分钟之后进行提取,从而获得本发明的非离子表面活性剂(4)[在通式(1)中,R:C8/C12/C16/C18=45/45/5/5(摩尔比),m=2.5,n=7]。

[0045] 制造例5:非离子表面活性剂(5)的制造

[0046] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为8的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)97.7g、碳原子数为12的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL2098,花王株式会社制造)23.3g以及碳原子数为14的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 4098,花王株式会社制造)26.8g的混合醇(C8-OH/C12-OH/

C14-OH=75/12.5/12.5 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g, 在 110℃、1.3kPa (绝对压) 下进行 30 分钟的脱水之后, 进行氮置换。

[0047] 在氮置换之后, 升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯, 进行加成反应・熟成操作。接着, 升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯, 进行加成反应・熟成操作。在反应结束之后, 冷却至 80℃后, 将 1.8g 乳酸加入高压釜内, 并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取, 从而获得本发明的非离子表面活性剂(5) [在通式(1)中, R : C8/C12/C14=75/12.5/12.5 (摩尔比), m=2.5, n=7]。

[0048] 制造例 6 : 非离子表面活性剂(6) 的制造

[0049] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称 : KALCOL 0898, 花王株式会社制造) 65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称 : KALCOL 2098, 花王株式会社制造) 93.2g 的混合醇(C8-OH/C12-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g, 在 110℃、1.3kPa (绝对压) 下进行 30 分钟的脱水之后, 进行氮置换。

[0050] 在氮置换之后, 升温至 125℃并导入 203.3g 氧化丙烯, 进行加成反应・熟成操作。接着, 升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯, 进行加成反应・熟成操作。在反应结束之后, 冷却至 80℃后, 将 1.8g 乳酸加入高压釜内, 并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取, 从而获得本发明的非离子表面活性剂(6) [在通式(1)中, R : C8/C12=50/50 (摩尔比), m=3.5, n=7]。

[0051] 制造例 7 : 非离子表面活性剂(7) 的制造

[0052] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称 : KALCOL 0898, 花王株式会社制造) 65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称 : KALCOL 2098, 花王株式会社制造) 93.2g 的混合醇(C8-OH/C12-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g, 在 110℃、1.3kPa (绝对压) 下进行 30 分钟的脱水之后, 进行氮置换。

[0053] 在氮置换之后, 升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯, 进行加成反应・熟成操作。接着, 升温至 150℃并导入 220.3g 氧化乙烯, 进行加成反应・熟成操作。在反应结束之后, 冷却至 80℃后, 将 1.8g 乳酸加入高压釜内, 并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取, 从而获得本发明的非离子表面活性剂(7) [在通式(1)中, R : C8/C12=50/50 (摩尔比), m=2.5, n=5]。

[0054] 制造例 8 : 非离子表面活性剂(8) 的制造

[0055] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 10 的直链饱和伯醇(商品名称 : KALCOL 1098, 花王株式会社制造) 158.3g、氢氧化钾 1.1g, 在 110℃、1.3kPa (绝对压) 下进行 30 分钟的脱水之后, 进行氮置换。

[0056] 在氮置换之后, 升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯, 进行加成反应・熟成操作。接着, 升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯, 进行加成反应・熟成操作。在反应结束之后, 冷却至 80℃后, 将 1.8g 乳酸加入高压釜内, 并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取, 从而获得本发明的非离子表面活性剂(8) [在通式(1)中, R : C10, m=2.5, n=7]。

[0057] 比较制造例 1 : 非离子表面活性剂(9) 的制造

[0058] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称 : KALCOL 0898, 花王株式会社制造) 45.6g、碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称 : KALCOL2098, 花王株式会社制造) 65.2g、碳原子数为 16 的直链饱和伯

醇(商品名称:KALCOL 6098,花王株式会社制造)36.4g 以及碳原子数为 18 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 8098,花王株式会社制造)40.6g 的混合醇(C8-OH/C12-OH/C16-OH/C18-OH=35/35/15/15 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0059] 在氮置换之后,升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而获得比较用的非离子表面活性剂(9)[在通式(1)中,R:C8/C12/C16/C18=35/35/15/15 (摩尔比),m=2.5,n=7]。

[0060] 比较制造例 2:非离子表面活性剂(10)的制造

[0061] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 2098,花王株式会社制造)93.1g 的混合醇(C16-OH/C18-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0062] 在氮置换之后,升温至 125℃并导入 348.5g 氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而获得比较用的非离子表面活性剂(10)[在通式(1)中,R:C8/C12=50/50 (摩尔比),m=6,n=7]。

[0063] 比较制造例 3:非离子表面活性剂(11)的制造

[0064] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 2098,花王株式会社制造)93.1g 的混合醇(C16-OH/C18-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0065] 在氮置换之后,升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至 150℃并导入 1541.8g 氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而获得比较用的非离子表面活性剂(11)[在通式(1)中,R:C8/C12=50/50 (摩尔比),m=2.5,n=35]。

[0066] 比较制造例 4:非离子表面活性剂(12)的制造

[0067] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 0898,花王株式会社制造)65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称:KALCOL 2098,花王株式会社制造)93.1g 的混合醇(C16-OH/C18-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0068] 在氮置换之后,升温至 125℃并导入 17.4g 氧化丙烯,进行加成反应·熟成操作。接着,升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯,进行加成反应·熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而

获得比较用的非离子表面活性剂(12) [在通式(1)中, R :C8/C12=50/50 (摩尔比), m=0.3, n=7]。

[0069] 比较制造例 5 :非离子表面活性剂(13)的制造

[0070] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称 :KALCOL 0898,花王株式会社制造) 65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称 :KALCOL 2098,花王株式会社制造) 93.1g 的混合醇(C16-OH/C18-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0071] 在氮置换之后,升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯,进行加成反应・熟成操作。接着,升温至 150℃并导入 88.1g 氧化乙烯,进行加成反应・熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而获得比较用的非离子表面活性剂(13) [在通式(1)中, R :C8/C12=50/50 (摩尔比), m=2.5, n=2]。

[0072] 比较制造例 6 :非离子表面活性剂(14)

[0073] 使用株式会社日本催化剂制造的 Softanol 70 (直链型仲醇的氧化乙烯加成物)。

[0074] 比较制造例 7 :非离子表面活性剂(15)的制造

[0075] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入具有合成醇(商品名称 :SAFOL 23(SASOL 公司制造),具有碳原子数为 12、13 的支链烷基 [碳原子数为 12/碳原子数为 13=55/45 (摩尔比),支化率(支链型醇的质量组成)50 质量 %] 的饱和醇)194g、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0076] 在氮置换之后,升温至 125℃并导入 145.2g 氧化丙烯,进行加成反应・熟成操作。接着,升温至 150℃并导入 308.4g 氧化乙烯,进行加成反应・熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而获得比较用的非离子表面活性剂(15) [在通式(1)中, R 含有支链烷基(支化率 50 质量 %), m=2.5, n=7]。

[0077] 比较制造例 8 :非离子表面活性剂(16)的制造

[0078] 在具备搅拌装置、温度控制装置、自动导入装置的高压釜中装入碳原子数为 8 的直链饱和伯醇(商品名称 :KALCOL 0898,花王株式会社制造) 65.1g 以及碳原子数为 12 的直链饱和伯醇(商品名称 :KALCOL 2098,花王株式会社制造) 93.2g 的混合醇(C8-OH/C12-OH=50/50 (摩尔比))、氢氧化钾 1.1g,在 110℃、1.3kPa (绝对压)下进行 30 分钟的脱水之后,进行氮置换。

[0079] 在氮置换之后,升温至 150℃并导入 145.2g 氧化丙烯和 308.4g 氧化乙烯,进行无规加成反应・熟成操作。在反应结束之后,冷却至 80℃后,将 1.8g 乳酸加入高压釜内,并在 80℃下搅拌 30 分钟之后进行提取,从而获得比较用的非离子表面活性剂(16) [在通式(1)中, R :C8/C12=50/50 (摩尔比), m=2.5, n=7 (但是无规加成)]。

[0080] 〈实施例 1 以及比较例 1〉

[0081] 通过下述所示的方法来评价由制造例以及比较制造例中所制得的非离子表面活性剂(1)~(16)构成的精练剂组合物的性能。其结果一并表示于表 1 中。另外,在表中也将不符合(A)成分的非离子表面活性剂权宜作为(A)成分来表示。

[0082] [精练性的评价(相对于棉的残脂率)]

[0083] 在下述的条件下对棉坯布(残脂率为 1.05 质量%)进行精练处理,从精练处理布料上切割出大约 3~4g 的试验样品,将二乙基醚用作提取溶剂,用索氏提取装置(东海计器制造)进行提取操作。在 4 小时的提取操作之后,在减压条件下馏去提取溶剂,测定残渣质量并根据以下的计算式求得残脂率。

[0084] 残脂率 (%) = (馏去提取溶剂后的残渣质量 / 试验样品的质量) × 100

[0085] * 精练处理条件

[0086] 精练剂组合物(非离子表面活性剂)浓度 :1.0g/L

[0087] 苛性钠浓度 :1.0g/L

[0088] 精练时间 :20 分钟

[0089] 精练温度 :110℃

[0090] 浴比 :1/20

[0091] 处理水 :3° DH

[0092] [精练性的评价(吸上的高度)]

[0093] 在上述的条件下精练处理棉坯布,从处理后的布上裁取宽 3cm、长 15cm 的样品布,将样品布以没有松弛的状态垂直地挂在充满溶解了染料的水溶液的桶上并使样品布的一端浸湿,通过测定 15 分钟后染料水溶液的吸上高度(mm)来进行调查。吸上高度越高,湿润性越优异,则表示精练剂的精练性优异。

[0094] [精练性的评价(滴下法)]

[0095] 从精练处理布料上切割下 5cm×5cm 的试验样品并水平放置,从试样布料的上方大约 1cm 处用玻璃吸管使 0.1mL 吸上高度评价中所使用的染料水溶液落下。自然干燥后,以染料水溶液的扩展形状判定吸水性。评价基准如下所述。

[0096] ○ :染料扩展成大的圆状,在被染色的范围内容纳直径为 1cm 的圆。

[0097] △ :染料的扩展不充分或者染料扩展的形状歪斜,在被染色的范围内容纳直径为 7mm 的圆,但是不能容纳直径为 1cm 的圆。

[0098] × :在被染色的范围内不能容纳直径为 7mm 的圆。

[0099] [起泡性的评价]

[0100] 将 200mL 的试验液(非离子表面活性剂浓度为 2.00×10^{-3} mol/L,剩余为水)装入 1L 的量筒,用安装有球过滤器的空气泵从量筒的底部通入 1.5 升 / 分钟的空气,测定 2 分钟后的起泡高度(mm)。

[0101] [表 1]

[0102]

		实施例										比较例							
		1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8		
(A)成分	非离子表面活性剂 No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16		
	C8	50	50	25	45	75	50	50	—	35	50	50	50	50	—	—	50		
	C10	—	—	25	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—		
	通式(I)	50	50	25	45	12.5	50	50	—	35	50	50	50	50	—	27.5	50		
	中的 R 的	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	22.5	—		
	组成	—	—	25	—	12.5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	C14	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	(摩尔%)	—	—	—	5	—	—	—	—	15	—	—	—	—	—	—	—		
	C16	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	其它	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
精练性	C8~C14 的比例(摩尔%)	100	100	100	90	100	100	100	100	70	100	100	100	100	100	50	100		
	PO 平均加成摩尔数(m)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	3.5	2.5	2.5	2.5	6	2.5	0.3	2.5	—	2.5	2.5		
	EO 平均加成摩尔数(m)	7	15	10	7	7	7	5	7	7	7	35	7	2	7	7	7		
	PO・EO 加成形态	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	嵌段	—	嵌段	无规		
	吸上高度(mm)	112	113	105	100	101	102	104	99	1	5	32	108	20	105	80	82		
	滴下法	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	○	×	○	×	×		
起泡性 (mm)	残脂率(%)	0.079	0.076	0.091	0.121	0.112	0.113	0.116	0.123	0.987	0.964	0.861	0.088	0.902	0.099	0.132	0.140		
	2 分钟后	55	130	75	88	103	78	59	65	220	345	312	450	85	370	100	103		
	送气结束 2 分钟后	10	45	17	34	46	21	12	20	185	165	230	406	46	206	36	55		

[0103] * 碳原子数为 12 的支链烷基链 27.5 摩尔 % + 碳原子数为 13 的支链烷基链 22.5 摩尔 %

[0104] 制造例 9 : 聚氧乙烯(平均加成摩尔数为 2.0) 月桂基醚硫酸 • Na 盐的制造

[0105] 使用花王株式会社制造的 EMAL 270J。

[0106] 制造例 10 : 聚氧乙烯(平均加成摩尔数为 3.0) 异癸基倍半磷酸酯 • Na 盐的制造

[0107] 将在 1 摩尔 Kyowa Hakko Chemical Co., Ltd. 制造的癸醇(化学名 : 异癸醇)上加成了 3 摩尔氧化乙烯所得到的有机羟基化合物(平均分子量 = 158.3) 633.2g (4.00 摩尔) 以及 85% 的正磷酸 93.7g (如果表示为 $P_2O_5 \cdot nH_2O$ 的话, 则 P_2O_5 : 0.41 摩尔, H_2O : 2.00 摩尔) 加入到 2000mL 的反应容器中, 进行搅拌 • 混合, 一边将温度保持在 50~70℃ 一边慢慢地添加 229.6g (1.59 摩尔) 五氧化磷(有效成分 98.5%), 然后升温至 80℃ 并进行 12 小时的反应。之后, 通过强制薄膜(Forced thin film)用水蒸气蒸馏装置(传热面积 : 0.03m³, 玻璃制)将该反应生成物供给脱臭处理。在夹套的温度为 150℃、2.7kPa (绝对压)下分别以 100g/hr、75g/hr 的速度连续地提供反应生成物和水蒸气来进行水蒸气蒸馏, 作为残渣得到含有有机羟基化合物含量为 0.8% 以及水分为 0.3% 的磷酸酯。之后, 一边在规定的量的氢氧化钠水溶液中添加 • 搅拌该磷酸酯一边进行中和, 从而获得聚氧乙烯(平均加成摩尔数为 3.0) 异癸基倍半磷酸酯 • Na 盐。

[0108] 〈实施例 2 以及比较例 2〉

[0109] 按照表 2 的配方调制各种精练剂组合物, 按照下述的方法进行各组合物的流动性的评价。另外, 在表中也将不符合(A)成分的非离子表面活性剂权宜作为(A)成分来表示。

[0110] [流动性评价]

[0111] 将 3mL 组合物加入内径为 24.3mm、高度为 46.5mm 的样品管(Maruemu Corporation 制造的样品瓶 No. 3)中, 在 3℃ 下静置 30 分钟。之后, 倒置装入了组合物的样品管, 测定气泡上升所花的时间(秒)。评价标准如下所述。

[0112] ○ : 小于 1 秒

[0113] △ : 1 秒以上且小于 20 秒

[0114] × : 20 秒以上

[0115] [表 2]

[0116]

				实施例									比较例				
				2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7	2-8	2-9	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5
精 练 剂 组 合 物	(A) 成 分	配合组成(质量%)	非离子表面活性剂 (1)	50								50					
			非离子表面活性剂 (2)		50												
			非离子表面活性剂 (3)			50											
			非离子表面活性剂 (4)				50										
			非离子表面活性剂 (5)					50									
			非离子表面活性剂 (6)						50								
			非离子表面活性剂 (7)							50							
			非离子表面活性剂 (8)								50						
			非离子表面活性剂 (10)										50				50
			非离子表面活性剂 (11)											50			
			非离子表面活性剂 (12)												50		
			非离子表面活性剂 (13)													50	
			(B) 成 分	聚氧乙烯(平均加成摩尔数为 2.0) 月桂基醚硫酸・Na 盐	10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾		10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾	10 ¹⁾
	聚氧乙烯(平均加成摩尔数为 3.0) 异癸基倍半磷酸酯・Na 盐										10 ¹⁾					10 ¹⁾	
	水	40		40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	
流动性评价	○	○		○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	

[0117] 1) 换算成有效成分的组成(质量%)