



Patentdirektoratet
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 1015/86	(51) Int.Cl.5	D 06 P 1/613
(22) Indleveringsdag: 06 mar 1986		D 06 P 1/667
(41) Alm. tilgængelig: 08 sep 1986		D 06 P 3/60
(45) Patentets meddelelse bkg. den: 26 sep 1994		
(86) International ansøgning nr.: -		
(30) Prioritet: 07 mar 1985 CH 1024/85		

(73) Patenthaver: *CIBA-GEIGY AG; Klybeckstrasse 141; 4002 Basel, CH
(72) Opfinder: Rosemarie *Toepfl; CH, Heinz *Abel; CH

(74) Fuldmægtig: Dansk Patent Kontor A/S

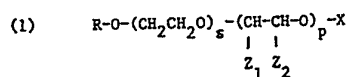
(54) Tekstilhjælpemiddel og fremgangsmåde til farvning af celluloseholdigt tekstilmateriale

(56) Fremdragne publikationer

DK P-ansøgning 1554/76
DK freml.skr. nr. 156124 (ans.nr. 2643/76)
DE offentl.skr. nr. 2641263, 2802305
SE patent nr. 159622

(57) Sammendrag: 1015-86

En hjælpemiddelblanding bestående af sure estere af additionsprodukter af ethylenoxid og propylenoxid med fedtalkoholer med mindst 6 carbonatomer, hvor mindst én af komponenterne er en sur ester med formlen



hvor i s er 3-10, p er 5-15, R er en alifatisk gruppe, Z_1 og Z_2 er forskellige og betyder H eller methyl, og X er syreresten af en alifatisk dicarboxylsyre, især maleinsyre, anvendes som farveri- og tekstilhjælpemiddel, især som skumfattigt fugtemiddel og foularderingshjælpemiddel ved forbehandling eller farvning af cellulosefiberholdige materialer.

Der opnås ensartede, stærke og ægte farvninger.

Den foreliggende opfindelse angår et nyt tekstilhjælpemiddel, der især virker som fugtemiddel, og som indeholder en blanding af sure estere af additionsprodukter af ethylenoxid og propylenoxid med fedtalkoholer med mindst 6 carbonatomer.

5 Opfindelsen angår tillige en fremgangsmåde til farvning af celluloseholdigt tekstilmateriale med substantive farvestoffer eller reaktivfarvestoffer ved imprægnering af tekstilmaterialet med en vandig farveflotte og fiksering af farvestoffet ved indvirkning af varme eller ved koldt-opholdsme-
10 toden.

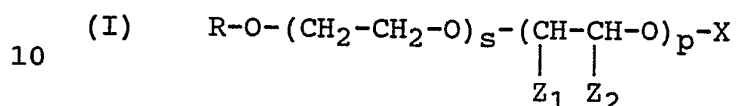
Fra beskrivelsen til DK-ansøgning nr. 1554/76 kendes tekstilhjælpemidler, der som hovedkomponent indeholder omsætningsprodukter af mindst trivalente aliphatiske C(3-10)-alkoholer
15 med 1,2-propylenoxid, som er forestret med en aliphatisk eller aromatisk dicarboxylsyre, og som yderligere komponent en aliphatisk diol med en molekyelvægt på højst 2000. Fra DK-fremlæggeskrift nr. 156.124 kendes befugtnings- og skumdæmpningsmidler på basis af anioniske tensider, der som
20 yderligere komponenter indeholder omsætningsprodukter af mono- til hexavalente aliphatiske alkoholer med højst 6 carbonatomer, og monoalkyl- eller monoalkylenmonoaminer eller polyalkylenpolyaminer med 1,2-propylenoxid. Fra DE-offentliggørelsesskrift nr. 2.641.263 kendes endvidere de-
25 tacheringsmidler, som er baserede på anioniske tensider, og som yderligere komponent indeholder en med ethylen- eller propylenoxid omsat aliphatisk C(8-18)-alkohol eller en med ethylen- eller propylenoxid omsat aliphatisk C(7-17)-fedtsyre.

30

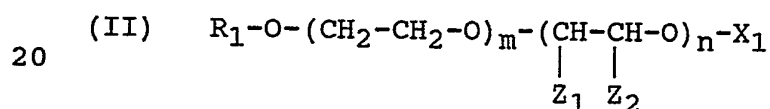
Det har vist sig, at visse blandinger af sure estere af fedtalkoholblandingsethere, der fremstilles dels med ethylenoxid og dels med propylenoxid, og hvor mindst én fedtalkoholblandingsether er forestret med en aliphatisk dicarboxylsyre,
35 er velegnede som farveri- eller tekstilhjælpemiddel og især som fugtemiddel og ikke fremkalder forstyrrende skum. Blan-

dingerne indeholder ikke biologisk svært nedbrydelige alkyl-phenolethoxylater, hvilket fra et økologisk synspunkt er en væsentlig forbedring af farveprocesserne.

- 5 I overensstemmelse hermed er tekstilhjælpemidlet ifølge den foreliggende opfindelse ejendommeligt ved, at blandingen indeholder mindst én sur ester med formlen



- hvor i s er 3-10, p er 5-15, R betyder en alifatisk carbonhydridgruppe med mindst 6 carbonatomer, én af grupperne Z_1 og Z_2 betyder methyl, og den anden betyder hydrogen, og X betyder syreresten af en lavere alifatisk dicarboxylsyre, og mindst én sur ester med formlen
- 15



- hvor i m er 3-10, n er 5-15, R_1 betyder en alifatisk carbonhydridgruppe med mindst 6 carbonatomer eller betyder alkyl-phenyl med 4-16 carbonatomer i alkyl delen, én af grupperne Z_1 og Z_2 betyder methyl, og den anden betyder hydrogen, og X_1 betyder syreresten af en oxygenholdig uorganisk syre.
- 25

- Syreresterne X og X_1 er forbundet med propylenoxiddelen i molekylet over en esterbro og foreligger fortrinsvis på saltform, dvs. f.eks. som alkalimetal-, ammonium- eller amin-salt. Som eksempler på sådanne salte kan nævnes lithium-, natrium-, kalium-, ammonium-, trimethylamin-, ethanolamin-, diethanolamin- eller triethanolaminsalte.
- 30

35

R og R_1 betyder fordelagtigt carbonhydridgrupper af en umættet eller fortrinsvis mættet alifatisk monoalkohol med 6-24 carbonatomer. Carbonhydridgrupperne kan være ligekædede

eller forgrenede. Som eksempler på aliphatiske mættede alkoholer kan nævnes naturlige alkoholer som f.eks. laurylalkohol, myristylalkohol, cetylalkohol, stearylalkohol, arachidylalkohol eller behenylalkohol, samt syntetiske alkoholer, f.eks. oxo-alkoholer, såsom især 2-ethylbutanol, 2-methylpentanol, hexanol, heptanol, 5-methylheptan-3-ol, octan-2-ol, trimethylnonylalkohol, decanol, hexadecylalkohol eller alkoholer af "Alfol"[®]-typen. Som eksempler på disse kan nævnes "Alfol"[®] (8-10), "Alfol"[®] (9-11), "Alfol"[®] (11-13), "Alfol"[®] (10-14), "Alfol"[®] (12-13) eller "Alfol"[®] (16-18).

Umættede aliphatiske alkoholer er eksempelvis dodecenylalkohol, hexadecenylalkohol eller oleylalkohol.

15

Alkoholgrupperne kan forekomme alene eller som blandinger. Alkylgruppen i alkylphenyldelen i R_1 foreligger fortrinsvis i p-stilling. Alkylgrupperne i alkylphenyl kan være butyl, hexyl, n-octyl, n-nonyl, p-tert-octyl, p-isononyl, decyl eller dodecyl. Der foretrækkes alkylgrupperne med 8-12 carbonatomer, især octyl eller nonylgrupper.

R og R_1 betyder fortrinsvis hver for sig alkyl med 8-18 carbonatomer. X betyder fortrinsvis en maleinsyregruppe, medens X_1 fortrinsvis er svovlsyregruppen.

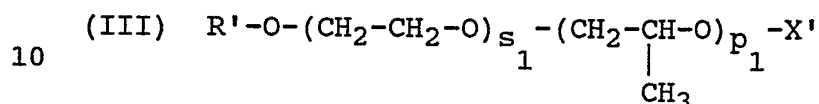
Såvel de sure estere med formlen (I) som de sure estere med formlen (II) er afledt af fedtalkoholblandingsethere (blokpolymerisater), som fordelagtigt er opbygget af 20-55 vægtprocent enheder afledt af ethylenoxid og 45-80 vægtprocent enheder afledt af propylenoxid.

Fremstillingen af de anioniske blokpolymerisater med formlen (I) og (II) gennemføres under anvendelse af kendte fremgangsmåder, idet man til de nævnte fedtalkoholer, der tjener som basisstoffer, først adderer ethylenoxid og derefter

propylenoxid, hvorpå man forestrer additionsprodukterne med den tilsvarende syre eller funktionelle derivater, som f.eks. syreanhydrider, syrehalogenider, syreester eller syreamider, og om ønsket, omdanner esteren til salte deraf.

5

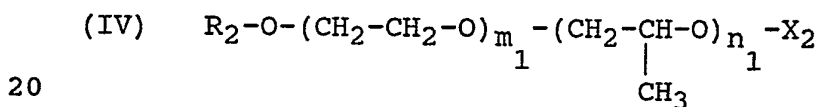
Sure estere, som er vigtige i praksis, og som er afledt af organiske syrer, svarer til formlen



hvor R' betyder alkyl med 8-18 carbonatomer, X' betyder maleinsyreresten eller sulforavsyreresten, s_1 er 4-8, og p_1 er 10-15.

15

Foretrukne anioniske tensider med uorganisk syrerest svarer til formlen



hvor R_2 betyder alkyl med 8-18 carbonatomer, X_2 betyder svovlsyreresten, m_1 er 4-8, og n_1 er 6-12.

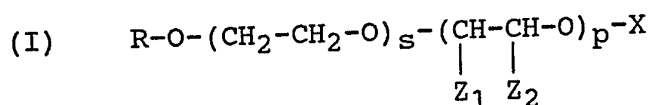
25 Tekstilhjælpemidlet ifølge opfindelsen kan fremstilles ved simpel udrøring af de tilsvarende sure estere med formlerne (I) og (II), hvorved der dannes homogene klare blandinger, som er lagerstabile ved stuetemperatur.

30 De sure estere med formlerne (I) og (II) forekommer i reglen i et vægtforhold på 9:1 til 1:1, fortrinsvis 9:1 til 3:1, især 5:1 til 3:1.

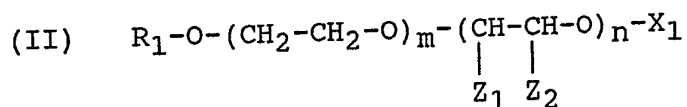
35 Tekstilhjælpemidlet ifølge opfindelsen er velegnet til forskellige formål inden for tekstilapplikationen, f.eks. til forbehandling, farvning eller finish-behandling. Især anvendes de som fugtemiddel ved farvning af naturlige eller syntetiske fibermaterialer og først og fremmest ved farvning

af cellulose-tekstilmaterialer. De danner ikke skum, forbedrer farvestoffernes påføringevne og fremmer derved diffusionen af farvestofferne ind i fibre.

- 5 Som anført ovenfor angår opfindelsen også en fremgangsmåde til farvning af celluloseholdigt tekstilmateriale med substantive farvestoffer eller reaktivfarvestoffer ved imprægnering af tekstilmaterialet med en vandig farveflotte og fiksering af farvestoffet ved indvirkning af varme eller
 10 ved koldt-opholdsmetoden, og fremgangsmåden ifølge opfindelsen er ejendommelig ved, at farveflotten indeholder et hjælpemiddel i form af en blanding af sure estere af additionsprodukter af ethylenoxid og propylenoxid med fedtalkoholer med mindst 6 carbonatomer, hvilken blanding indeholder mindst
 15 én sur ester med formlen



- 20 hvori s er 3-10, p er 5-15, R betyder en alifatisk carbonhydridgruppe med mindst 6 carbonatomer, én af grupperne Z_1 og Z_2 betyder methyl og den anden hydrogen, og X betyder syreresten af en lavere alifatisk dicarboxylsyre,
 25 og mindst én sur ester med formlen



- 30 hvori m er 3-10, n er 5-15, R_1 betyder en alifatisk carbonhydridgruppe med mindst 6 carbonatomer eller alkylphenyl med 4-16 carbonatomer i alkyl delen, én af grupperne Z_1 og Z_2 betyder methyl og den anden hydrogen, og X_1 betyder syre-
 35 resten af en oxygenholdig uorganisk syre.

Tekstilhjælpemidlet ifølge den foreliggende opfindelse kan også anvendes til forædling af naturlige eller syntetiske

fibermaterialer med eller uden tilsvarende farvestoffer, idet forædlingen gennemføres i nærværelse af hjælpemidlet ifølge opfindelsen.

- 5 Anvendelsesmængderne af de omhandlede tekstilhjælpemidler i forædlingsflotterne, som f.eks. farveflotter eller forbehandlingsflotter, ligger afhængigt af substratet hensigtsmæssigt mellem 1 og 20 g, fortrinsvis mellem 2 og 10 g, pr. liter flotte.

10

- Tekstilhjælpemidlet ifølge opfindelsen er især egnet til kontinuerlig eller halvkontinuerlig farvning af tekstiler, som består af eller indeholder cellulose, med substantivfarvestoffer eller fortrinsvis reaktivfarvestoffer, idet cel-
15 lulosematerialerne efter imprægneringen kan underkastes en varmebehandlingsproces til fiksering af de applicerede farvestoffer. Fortrinsvis gennemføres fikseringen af farvestofferne ifølge den såkaldte koldt-opholdsmetode.

- 20 Som cellulosefibermateriale anvendes sådant af regenereret eller naturlig cellulose, som f.eks. celluld, viscose-silke, hamp, hør, jute eller fortrinsvis bomuld, samt fiberblandinger, f.eks. af polyamid og bomuld eller især polyester og bomuld, idet polyesterandelen kan farves
25 med dispersionsfarvestoffer inden eller efter eller samtidigt dermed.

- Tekstilmaterialet kan anvendes i en vilkårlig form, f.eks. som garner, garnstreng, vævede varer, strikkede varer, fiberskind, fortrinsvis i form af tekstiler, såsom vævninger, strikvarer eller tæpper, som består helt eller delvis af naturlig, regenereret eller modificeret cellulose. Der kan anvendes både rå og forbehandlede varer.
30

35

Som substantivfarvestoffer kan anvendes de gængse direkte farvestoffer, f.eks. de i Colour Index 3. udgave (1971), bind 2, side 2005-2478 anførte "Direct Dyes".

0

Ved reaktivfarvestoffer forstås de gængse farvestoffer, som danner en kemisk binding med cellulose, f.eks. de i Colour Index, bind 3 (3. udgave, 1971), side 3391-3560, og i bind 6 (revideret 3. udgave, 1975), side 6268-6345, anførte "Reactive Dyes". Kypefarvestoffer kan også anvendes.

10

Mængden af farvestofferne afhænger i reglen af den ønskede farvestyrke og udgør hensigtsmæssigt 0,1-80 g pr. liter flotte, fortrinsvis 2-50 g pr. liter flotte.

15

Ved anvendelse af reaktivfarvestoffer indeholder tilberedningerne i reglen fikserbaser.

20

Som basiske forbindelser til fiksering af reaktivfarvestofferne anvendes eksempelvis natriumcarbonat, natriumhydrogencarbonat, natriumhydroxid, dinatriumphosphat, trinatriumphosphat, boraks, vandig ammoniak eller basedannere, som f.eks. natriumtrichloracetat. Som base er det især velegnet at anvende en blanding af vandglas og en 30%'s vandig natriumhydroxidopløsning.

25

pH-Værdien i de baseholdige farveflotter ligger i reglen mellem 7,5 og 13,2, fortrinsvis mellem 8,5 og 11,5.

30

Farveflotterne fremstilles hensigtsmæssigt ved opløsning af farvestoffet og ved tilsætning af hjælpemidlet ifølge opfindelsen og eventuelt base. Afhængigt af det anvendte farvestof kan farveflotterne indeholde andre tilsætningsstoffer, f.eks. elektrolyter, som f.eks. natriumchlorid eller natriumsulfat, samt sekvestreringsmidler, reduktionsbeskyttelsesmidler, f.eks. nitrobenzen-sulfonsyre-natriumsalt, endvidere urinstof, glycerol og/eller natriumformiat. De kan eventuelt også indeholde fortykningsmidler, som f.eks. alginater, cellulosederi-

35

0

vater, stivelsesethere eller kernemelsethere, såsom johannesbrødskernelethere. Det er ikke nødvendigt at anvende skumdæpningsmidler, som f.eks. siliconeolier.

5

Det har ofte vist sig fordelagtigt at sætte hjælpe-
midlet ifølge opfindelsen til farveflotterne sammen
med homopolymerisater eller copolymerisater af acrylamid
eller methacrylamid eller podepolymerisater, som kan
10 fremstilles ud fra et additionsprodukt af en alkylen-
oxid og en i det mindste trivalent aliphatisk alkohol
med 3-10 carbonatomer og acrylamid eller methacrylamid.

15 Farveflotterne kan også indeholde blandinger af de nævnte
polymerisater.

Der foretrækkes podepolymerisater, som kan fremstilles
ved podepolymerisation af methacrylamid og især acryl-
20 amid på et additionsprodukt af 4-100 mol, fortrinsvis
40-80 mol propylenoxid på tri- til hexavalente alkanoler
med 3-6 carbonatomer. Disse alkanoler kan være ligekæ-
dede eller forgrenede. Som eksempler på alkanolerne kan
nævnes glycerol, trimethylolethan, trimethylolpropan,
25 erythrithritol, pentaerythritol, mannitol eller sorbitol.

Disse podepolymerisater indeholder fortrinsvis 2,5-30
vægtprocent alkylenoxidadditionsprodukt og 70-97,5 vægt-
procent podet methacrylamid og især acrylamid. Det er
30 endnu mere foretrukket, at amidandelen udgør 80-97,5
vægtprocent, beregnet på podepolymerisatet.

Yderligere detaljer vedrørende disse podepolymerisaters
natur, herunder deres fremstilling, fremgår af beskrivel-
35 sen til europæisk patentansøgning nr. 111.454.

0

Imprægneringen af det celluloseholdige tekstilmateriale kan gennemføres ved opugning, påsprøjtning eller fortrinsvis ved klotsning af farveflotten.

5

Efter imprægneringen fikseres farvestofferne ved indvirkning af varme eller ved anvendelse af koldt-opholdsmetoden.

10

Termofikseringstrinnet kan gennemføres ved hjælp af en dampbehandling, en varm-opholdsmetode, en termosolproces eller ved en mikrobølgebehandling.

15

Ved dampbehandlingen underkastes tekstilmaterialet imprægneret med farveflotten til fiksering af farvestoffet en behandling i et dampbehandlingsapparat med eventuelt overhed damp, hensigtsmæssigt ved en temperatur fra 98 til 210°C, fordelagtigt fra 100 til 180°C, og fortrinsvis fra 102 til 120°C.

20

Ved varm-opholdsmetoden henstår den imprægnerede vare i fugtig tilstand i f.eks. 5-120 minutter, fordelagtigt ved temperaturer fra 85-102°C. Derved kan den befugtede vare foropvarmes ved en infrarød-behandling til 85-102°C. Der foretrækkes en opholdstemperatur på 95-100°C.

25

Fikseringen af farvestoffet ved den såkaldte termosolproces kan gennemføres efter eller uden en mellemtørring, f.eks. ved en temperatur fra 100 til 110°C. Fortrinsvis gennemføres termosoleringen ved en temperatur på 120-220°C, fortrinsvis 140-180°C, og efter en mellemtørring ved 80-120°C af den imprægnerede vare. Afhængigt af temperaturen kan termosoleringsprocessen vare fra 20 sekunder til 5 minutter, fortrinsvis fra 30 til 60 sekunder.

35

0

Termofikseringen af farvestofferne kan gennemføres ved hjælp af mikrobølger. Til dette formål oprulles varen hensigtsmæssigt efter imprægneringen med farveflotten og behandles i et kammer med mikrobølger.

5

Mikrobølgebehandlingen kan vare fra 2 til 120 minutter. Fortrinsvis er 2-15 minutter tilstrækkeligt. Mikrobølger er elektromagnetiske bølger (radiobølger) i frekvensområdet 300-100.000 MHz, fortrinsvis 1000-30.000

10

MHz.

Fikseringen af farvestofferne ved koldt-opholdsprocessen gennemføres hensigtsmæssigt ved opbevaring af den imprægnerede og fortrinsvis oprullede vare ved stuetemperatur (15-30°C) f.eks. i fra 3-24 timer, idet koldt-opholdstiden som bekendt er afhængig af farvestoffet. Opbevaringen kan eventuelt også foregå ved lidt højere temperaturer (30-80°C).

15

20

I tilslutning til farveprocessen kan man udvaske det farvede cellulosemateriale på sædvanlig måde til fjernelse af ikke-fikseret farvestof. Til dette formål behandles substratet f.eks. ved 40°C op til kogetemperaturen i en opløsning, som indeholder sæbe eller syntetisk vaske-

25

middel. Til forbedring af vådægtheden kan man derefter foretage behandling med et fiksermiddel.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen opnås ensartede og farvestærke farvninger, som udmærker sig ved et roligt synsindtryk. Desuden har hjælpemidlet ifølge opfindelsen ingen negativ virkning på den farvede vares brugsægtheder, som f.eks. lysægthed, gnideægthed og vandægthed.

30

35

0

Især kan der opnås en fremragende gennemfarvning af varen, også på råvarer.

5

I de efterfølgende fremstillingseksempler og anvendelses-
eksempler er de anførte procentdele på vægtbasis, medmind-
re andet er anført. Ved farvestofferne refererer mængder-
ne til handelsgængse, dvs. couperede varer, og ved hjæl-
pemidlerne til det rene stof. De femcifrede Colour-Index-
numre (C.I.) refererer til 4. udgave af Colour-Index.

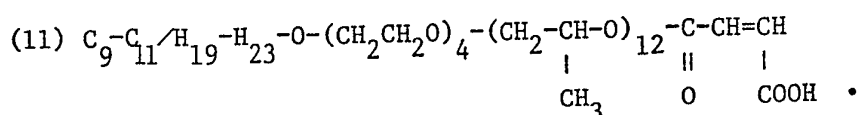
10

Fremstillingseksempler.

15

A. 98 g maleinsyreanhydrid smeltes i en nitrogenatmosfære
ved 60-70°C. Derpå tilsættes dråbevis 1032 g additions-
produkt af 4 mol ethylenoxid og 12 mol propylenoxid med
1 mol C₉₋₁-fedtalkohol i løbet af 35 minutter, hvorved
temperaturen stiger til 75°C. Temperaturen hæves i lø-
bet af 20 minutter til 90°C, hvorpå blandingen omrøres i
3 1/2 time ved denne temperatur. Derefter afkøles reak-
tionsproduktet til stuetemperatur. Man får 1129 g malein-
syrehalvester med formlen

20



25

Syretallet er 47,8.

30

Derefter fortyndes 134 g vandig 30%'s natriumhydroxidopløs-
ning med 1594 g vand, og der afkøles til 10°C. Derpå hæl-
des 1129 g maleinsyrehalvester med formlen (11) i den
fortyndede opløsning ved 20°C. Man får 2858 g klar 40%'s
opløsning af natriumsaltet af maleinsyrehalvesteren med
formlen (11). pH-Værdien er 6,7.

35

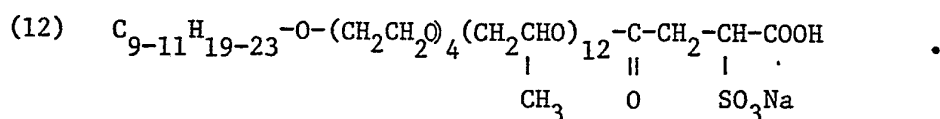
0

B. 12,75 g maleinsyreanhydrid smeltes i en nitrogenatmo-
sfære ved 60-70°C. Derefter tilsættes dråbevis i løbet af
30 minutter 134 g additionsprodukt af 4 mol ethylenoxid
og 12 mol propylenoxid med 1 mol C₉₋₁₁-fedtalkohol, hvor-
ved temperaturen stiger til 75°C. Temperaturen hæves i
løbet af 10 minutter til 90°C, hvorpå blandingen omrøres
i 3 timer ved denne temperatur. Derpå afkøles reaktions-
produktet. Man får 146 g maleinsyrehalvester med formlen
(11). Syretallet er 47.9.

10

140 g af denne maleinsyrehalvester blandes med 155,5 g
vandig 40%'s natriumhydrogensulfitopløsning, og blandin-
gen omrøres i 6 timer ved 95°C. Efter afkøling dannes
to faser, og den øverste natriumhydrogensulfitopløsning
(uorganisk fase) isoleres. Den organiske fase inddampes
til tørhed. Man får 153 g af en viskos masse med form-
len

15



20

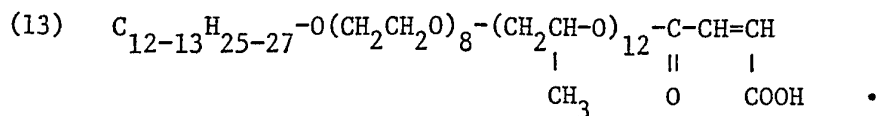
Efter fortynding med vand fremstilles en 50%'s opløsning,
som har en pH-værdi på 4,9.

25

C. 16,7 g maleinsyreanhydrid smeltes i en nitrogenatmo-
sfære ved 60-70°C. Derpå tilsættes dråbevis i løbet af
30 minutter 211,5 g additionsprodukt af 8 mol ethylen-
oxid og 12 mol propylenoxid med 1 mol C₁₂₋₁₃-fedtalkohol,
hvorved temperaturen stiger til 80°C. Temperaturen hæves
i løbet af 10 minutter til 90°C, og blandingen omrøres i
1 1/2 time ved denne temperatur. Derefter afkøles reak-
tionsproduktet til stuetemperatur. Man får 228 g malein-
syrehalvester med formlen

35

0

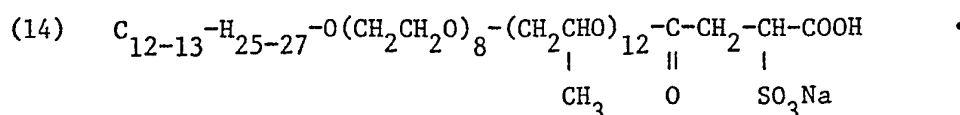


5

Syretallet er 41,4.

195 g af denne maleinsyrehalvester blandes med 187,2 g vandig 40%'s natriumhydrogensulfitopløsning, og blandingen omrøres i 6 timer ved 95°C. Derefter afkøles blandingen, hvorved der dannes to faser. Den øverste fase bestående af natriumhydrogensulfatopløsning isoleres, og resten indampes til tørhed. Man får 200 g sulfosuccinat i form af en viskos masse og med formlen

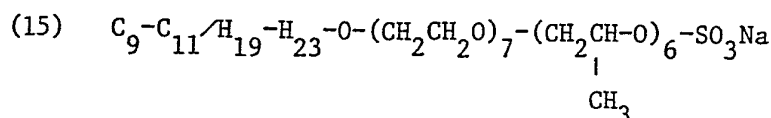
15



20 Ved fortynding med vand dannes en 50%'s opløsning, som har en pH-værdi på 5,5.

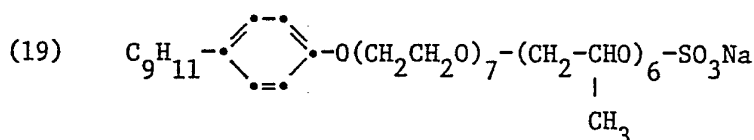
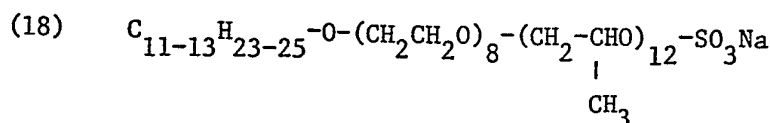
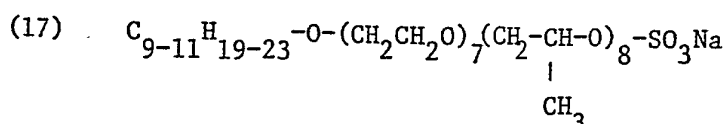
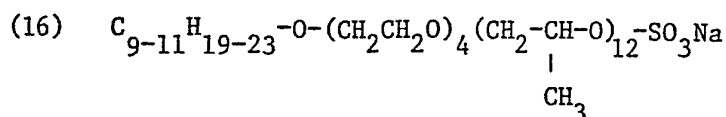
D. 1142 g additionsprodukt af 7 mol ethylenoxid og 6 mol propylenoxid med 1 mol C₉₋₁₁-alkohol afkøles i en nitrogenatmosfære til 12°C. Derpå tilsættes 163,1 g chlor-sulfonsyre ved hjælp af et mikrodoseringsapparat i løbet af 5 1/2 time, hvorved temperaturen holdes på 15°C ved isafkøling, og den dannede hydrogenchloridgas fjernes. Efter endt tilsætning af chlorsulfonsyren omrøres reaktionsblandingen i 1 1/4 time under vandstrålevakuum (13 mm Hg) ved 16-17°C. Man får 1290 g gult klart produkt, som ved behandling med vandig natriumhydroxidopløsning omdannes til natriumsaltet med formlen

35

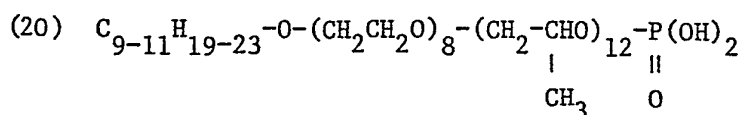


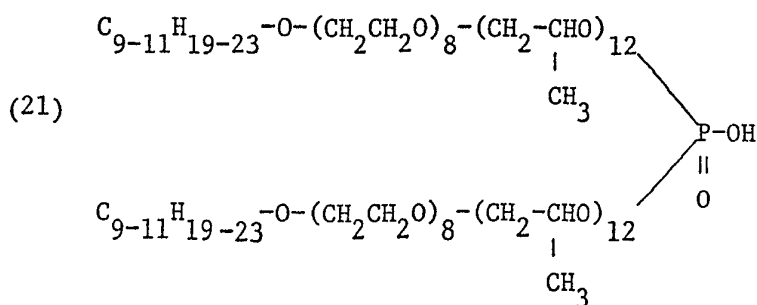
Analogt med den ovenfor under D. beskrevne fremgangsmåde og under anvendelse af tilsvarende udgangsprodukter frem-

5 (17), (18) og (19).



10 E. 8,6 g phosphorpentoxid sættes portionsvis i løbet af
30 minutter til 219,4 g omsætningsprodukt af 1 mol $\text{C}_9\text{-C}_{11}$ -
alkohol med 8 mol ethylenoxid og 12 mol propylenoxid. Der-
efter opvarmes reaktionsblandingen til 50°C , hvorpå den
holdes i 4 timer ved denne temperatur. Derefter filtre-
15 res blandingen gennem et gazefilter. Man får 227 g af en
blanding af phosphorsyremono- og -diester med formlerne



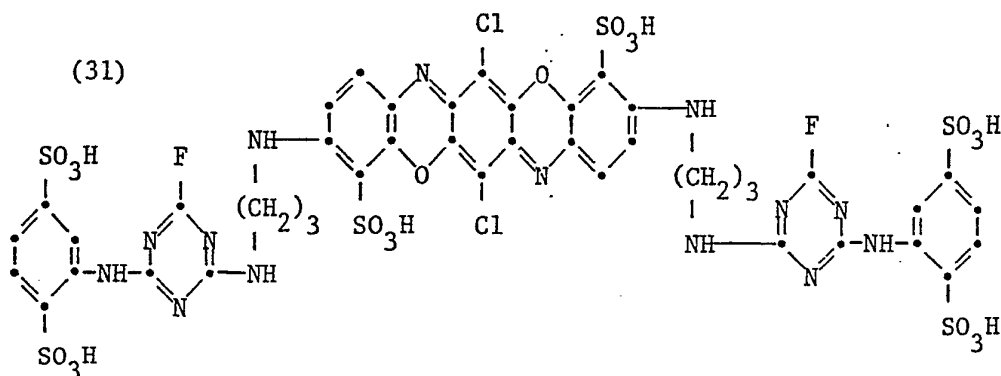


Blandingsforholdet er 1:2.

Anvendelseseksempler.

Eksempel 1.

- 5 Et vævet tekstil af råbomuld med en kvadratmetervægt på 165 g imprægneres på en foulard ved 25°C med en vandig flotte, som pr. liter indeholder 50 g farvestof med formlen



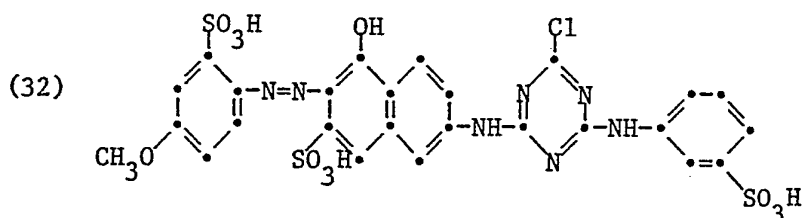
- 10 5 g blanding af natriumsaltet af maleinsyrehalvesteren med formlen (11) og natriumsaltet af det sulfaterede polyadditionsprodukt med formlen (15) i blandingsforholdet 4:1,
5 g nitrobenzensulfonsyre-natriumsalt,
15 5 g podedpolymerisat fremstillet ifølge forskrift 2 i beskrivelsen til europæisk patentansøgning nr. 111.454,
100 g urinstof og
20 g natriumcarbonat.

Der dannes intet generende skum. Flotteoptagelsen udgør 110%. Herefter opvikles varen i en beholder, som lukkes lufttæt og opbevares i 6 timer ved stuetemperatur. Der-

efter skylles vævningen, hvorpå den eftervaskes i 10 minutter ved kogetemperatur med et vaskemiddel (0,5 g/liter additionsprodukt af 9 mol ethylenoxid og 1 mol nonylphenol). Derefter skylles varen endnu en gang, 5 hvorpå den tørres. Man får en ensartet, farvestærk blå farvning.

Eksempel 2.

En bomuldsvævning imprægneres på en foulard med en vandig flotter, som pr. liter indeholder
10 50 g farvestof med formlen



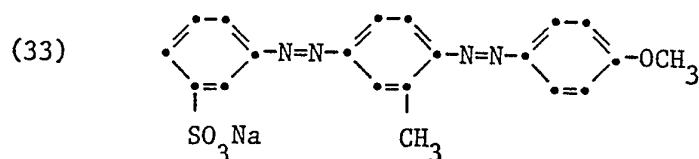
7 g blanding af natriumsaltet af maleinsyrehalvesteren med formlen (11) og natriumsaltet af det sulfaterede polyadditionsprodukt med formlen (15) i blandingsforholdet 4:1,
15 90 ml 30%'s natriumhydroxidopløsning og
100 ml natronvandglasopløsning.

Der optræder intet generende skum. Flotteoptagelsen udgør 80%. Derefter dampbehandles vævningen i 90 sekunder ved
20 102°C. Derpå skylles vævningen, hvorpå den eftervaskes ved kogetemperatur, skylles endnu en gang og tørres.

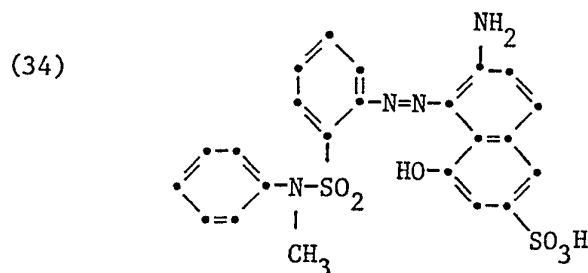
Man får en farvestærk og ensartet rød farvning.

Eksempel 3.

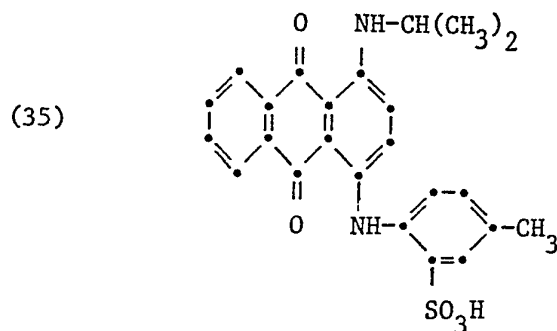
Et polyamid-6,6-tæppe med et polypropylengrundvæv imprægneres med en vandig flotter, som pr. liter indeholder
25 10 g gult farvestof med formlen



1,8 g rødt farvestof med formelen



0,7 g blåt farvestof med formelen



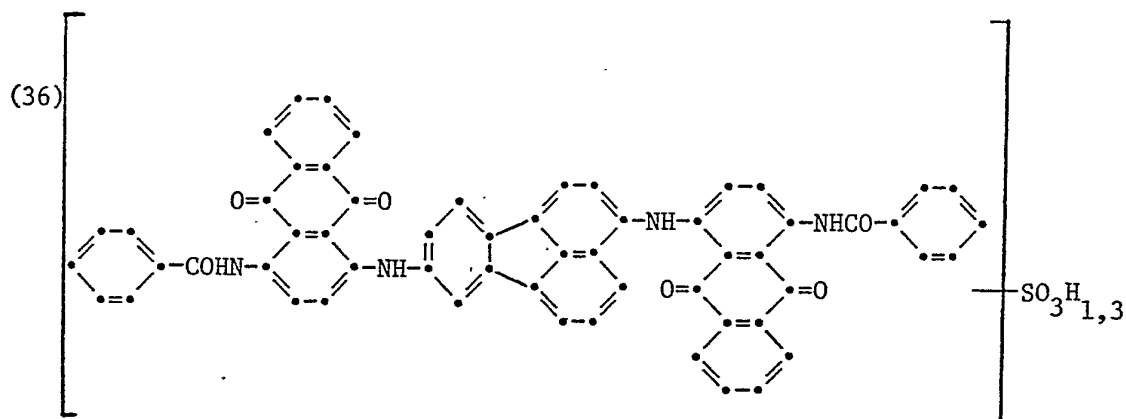
3 g blanding af natriumsaltet af maleinsyrehalvesteren med formelen (11) og natriumsaltet af det sulfaterede polyadditionsprodukt med formelen (15) i blandingsforholdet 4:1,

- 10 3 g blanding af di-(β -hydroxyethyl)aminsaltet af den sure svovlsyreester af additionsproduktet af 3 mol ethylenoxid med 1 mol laurylalkohol og kokosfedtsyre-N-di- β -hydroxyethylamid (1:1) og
1 g fortykningsmiddel, f.eks. johannesbrødkernemelether.

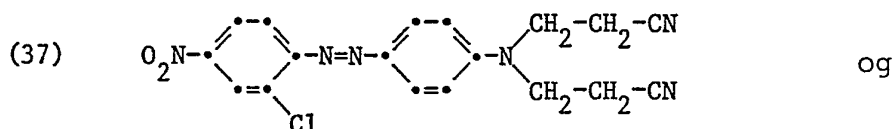
- 15 Der optræder intet generende skum. Flotteoptagelsen udgør 300%. Derefter dampbehandles tæppet i 10 minutter ved 102°C, hvorefter tæppet skylles og tørres. Man får en farvestærk og ensartet, oliven farvning.

Eksempel 4.

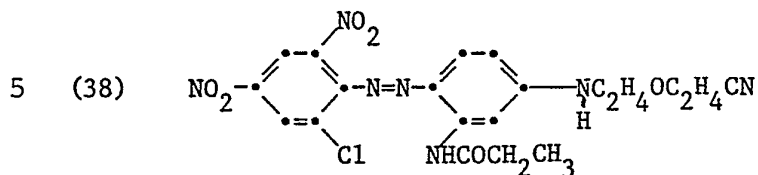
- 20 En vævning af 67% polyester og 33% bomuld imprægneres på en foulard med en vandig flotter, som pr. liter indeholder 30 g farvestofblanding af 40 dele farvestof med formelen



14 dele farvestof med formlen



12 dele farvestof med formlen



3 g blanding af natriumsaltet af maleinsyrehalvesteren med formlen (11) og natriumsaltet af det sulfaterede polyadditionsprodukt med formlen (15) i blandingsforholdet 4:1 og

10 3 g alginatfortykkingsmiddel.

Der optræder intet generende skum. Derefter tørres vævningen i 2 minutter ved 120°C, hvorpå der foretages termosolbehandling i 40 sekunder ved 220°C. Derpå imprægneres vævningen på en foulard ved stuetemperatur med vandig flot-

15 te, som pr. liter indeholder

80 g 30%'s vandig natriumhydroxidopløsning,

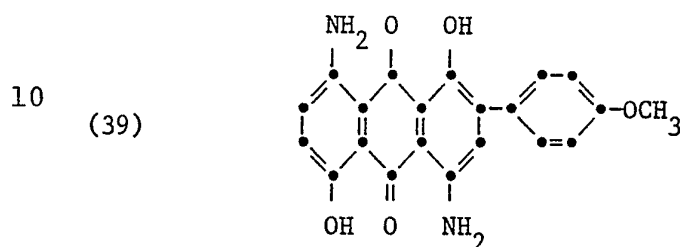
60 g natriumhydrogensulfit og

10 g natriumchlorid.

Flotteoptagelsen udgør 70%. Derefter dampbehandles vævningen i 60 sekunder ved 102°C, hvorpå den skylles, oxideres med 5 ml 30 rumfangsprocent hydrogenperoxid ved 40°C, hvorpå den skylles, sæbebehandles, skylles igen og tørres. Man får en ensartet farvning.

Eksempel 5.

En polyestervævning imprægneres på en foulard med en vandig flotte, som pr. liter indeholder 20 g farvestof med formelen



2 g natriumalginat og
3 g blanding af natriumsaltet af maleinsyrehalvesteren med formelen (11) og den ifølge fremstillingseksempel E fremstillede phosphorsyreesterblanding i blandingsforholdet 4:1.

Der optræder intet generende skum. Flotteoptagelsen udgør 70%. Derefter tørres vævningen i 3 minutter ved 130°C, hvorpå den termosolbehandles i 20 sekunder ved 200°C. Derpå foretages varm og kold eftervaskning af vævningen, som derpå tørres. Man får en ensartet ægte blå farvning.

Eksempel 6.

En bomuldsvævning imprægneres ved 60°C på en foulard med en vandig flotte, som pr. liter indeholder 30 g farvestof med betegnelsen Direct Red 80 C.I. 35780, 2 g blanding af natriumsaltet af sulforavsyrehalvesteren med formelen (12) og natriumsaltet af det sulfaterede polyadditionsprodukt med formelen (15) i blandingsforholdet 9:1,

100 g urinstof og
2 g natriumalginat.

Der optræder intet generende skum. Flotteoptagelsen udgør 80%. Derpå skylles varen varmt og derefter koldt, hvorpå
5 den efterbehandles i et frisk bad ved et flotteforhold på 1:40 i en stykfarvemaskine i 20 minutter ved 40°C og pH-værdien 6 med et kationisk fiksermiddel. Man får en ensartet og ægte rød farvning.

Eksempel 7.

10 En vævning af råbomuld vaskes i en strengvaskemaskine i flotteforholdet 1:30 med 3 g/liter af en blanding af natriumsaltet af maleinsyrehalvesteren med formlen (11) og natriumsaltet af det sulfaterede polyadditionsprodukt med
15 formlen (15) i blandingsforholdet 4:1 i 30 minutter ved kogetemperatur og ved en pH-værdi på 10 indstillet med natriumcarbonat. Under behandlingen optræder intet generende skum. Derefter foretages varm og kold skylning af vævningen, som derpå tørres.

Som udtryk for rensevirkningen foretages en dråbetest.

20 Til sammenligning foretages testen med en vævning, som er behandlet på samme måde, men uden tilsætning af den ovenfor omtalte hjælpemiddelblanding.

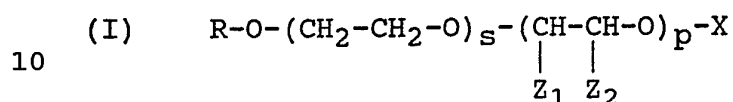
Fugtevirkning ved dråbetest.

Ubehandlet	>5 minutter
25 Kun behandlet med vand	>5 minutter
Behandlet med hjælpemiddelblanding	straks

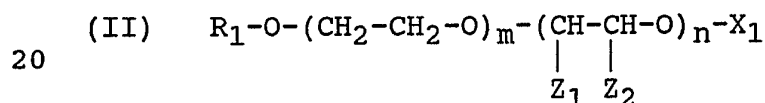
Desuden fremkalder behandlingen med hjælpemiddelblandingen en tydelig klaring af vævningens egen farve.

P A T E N T K R A V

1. Tekstilhjælpemiddel indeholdende en blanding af sure
 estere af additionsprodukter af ethylenoxid og propylenoxid
 5 med fedtalkoholer med mindst 6 carbonatomer, k e n d e -
 t e g n e t ved, at blandingen indeholder mindst én sur
 ester med formlen



- hvor i s er 3-10, p er 5-15, R betyder en alifatisk carbon-
 hydridgruppe med mindst 6 carbonatomer, én af grupperne Z₁
 15 og Z₂ betyder methyl, og den anden betyder hydrogen, og X
 betyder syreresten af en lavere alifatisk dicarboxylsyre,
 og mindst én sur ester med formlen



- hvor i m er 3-10, n er 5-15, R₁ betyder en alifatisk carbon-
 hydridgruppe med mindst 6 carbonatomer eller betyder alkyl-
 25 phenyl med 4-16 carbonatomer i alkyl delen, én af grupperne
 Z₁ og Z₂ betyder methyl, og den anden betyder hydrogen, og
 X₁ betyder syreresten af en oxygenholdig uorganisk syre.

2. Tekstilhjælpemiddel ifølge krav 1, k e n d e t e g -
 30 n e t ved, at X i formlen (I) betyder syreresten af malein-
 syre, ravsyre eller sulforavsyre.

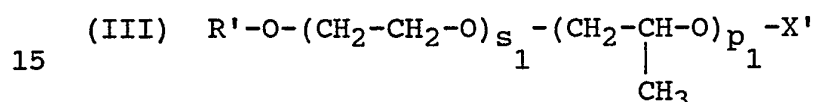
3. Tekstilhjælpemiddel ifølge et af kravene 1 og 2,
 k e n d e t e g n e t ved, at X₁ i formlen (II) betyder
 35 svovlsyreresten.

4. Tekstilhjælpemiddel ifølge et af kravene 1-3, k e n -
 d e t e g n e t ved, at i formlerne (I) og (II) betyder R

og R₁ hver for sig en alkyl- eller alkenylgruppe med 8-18 carbonatomer.

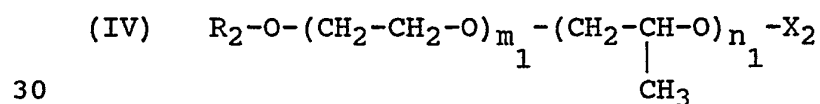
5. Tekstilhjælpemiddel ifølge et af kravene 1-4, k e n -
 5 d e t e g n e t ved, at de sure estere med formlerne (I) og (II) er afledt af fedtalkoholblandingsethere, der er opbygget af enheder afledt af 20-55 vægt-% ethylenoxid og 80-45 vægt-% propylenoxid.

10 6. Tekstilhjælpemiddel ifølge et af kravene 1-5, k e n -
 d e t e g n e t ved, at det indeholder en sur ester med formlen



hvor R' betyder alkyl med 8-18 carbonatomer, X' betyder
 20 maleinsyreresten eller sulforavsyreresten, s₁ er 4-8, og p₁ er 10-15.

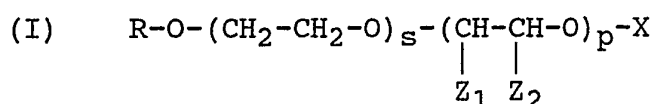
7. Tekstilhjælpemiddel ifølge et af kravene 1-6, k e n -
 d e t e g n e t ved, at det indeholder en sur ester med
 25 formlen



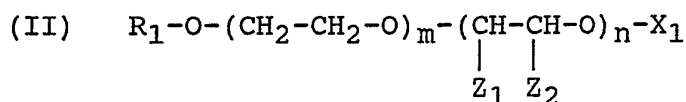
hvor R₂ betyder alkyl med 8-18 carbonatomer, X₂ betyder svovlsyreresten, m₁ er 4-8, og n₁ er 6-12.

35 8. Tekstilhjælpemiddel ifølge et af kravene 1-7, k e n -
 d e t e g n e t ved, at de sure estere med formlerne (I) og (II) foreligger i vægtforholdet 9:1 til 1:1.

9. Fremgangsmåde til farvning af celluloseholdigt tekstilmateriale med substantive farvestoffer eller reaktivfarvestoffer ved imprægnering af tekstilmaterialet med en vandig farveflotte og fiksering af farvestoffet ved indvirkning af varme eller ved koldt-opholdsmetoden, *k e n d e t e g n e t* ved, at farveflotten indeholder et hjælpemiddel i form af en blanding af sure estere af additionsprodukter af ethylenoxid og propylenoxid med fedtalkoholer med mindst 6 carbonatomer, hvilken blanding indeholder mindst én sur ester med formlen



hvor *s* er 3-10, *p* er 5-15, *R* betyder en alifatisk carbonhydridgruppe med mindst 6 carbonatomer, én af grupperne *Z*₁ og *Z*₂ betyder methyl og den anden hydrogen, og *X* betyder syreresten af en lavere alifatisk dicarboxylsyre, og mindst én sur ester med formlen



hvor *m* er 3-10, *n* er 5-15, *R*₁ betyder en alifatisk carbonhydridgruppe med mindst 6 carbonatomer eller alkylphenyl med 4-16 carbonatomer i alkyl delen, én af grupperne *Z*₁ og *Z*₂ betyder methyl og den anden hydrogen, og *X*₁ betyder syreresten af en oxygenholdig uorganisk syre.

10. Fremgangsmåde ifølge krav 9, *k e n d e t e g n e t* ved, at imprægneringen gennemføres ved klotsning.

11. Fremgangsmåde ifølge et af kravene 9 og 10, *k e n d e t e g n e t* ved, at fikseringen af farvestofferne foretages ved koldt-opholdsmetoden.

12. Fremgangsmåde ifølge et af kravene 9 og 10, k e n -
d e t e g n e t ved, at fikseringen af farvestofferne fore-
tages ved dampbehandling.