

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03815060.3

[51] Int. Cl.

C08K 5/19 (2006.01)

C08K 5/541 (2006.01)

C08K 5/5415 (2006.01)

D06M 15/643 (2006.01)

C08G 77/04 (2006.01)

D06M 15/647 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008 年 2 月 13 日

[11] 授权公告号 CN 100368467C

[51] Int. Cl. (续)

D06M 15/03 (2006.01)

C08G 77/388 (2006.01)

D06M 11/57 (2006.01)

[22] 申请日 2003.5.13 [21] 申请号 03815060.3

[30] 优先权

[32] 2002.5.14 [33] DE [31] 10221521.9

[86] 国际申请 PCT/EP2003/004965 2003.5.13

[87] 国际公布 WO2003/095735 德 2003.11.20

[85] 进入国家阶段日期 2004.12.27

[73] 专利权人 GE 拜尔硅树脂有限两合公司

地址 德国 埃克拉特

[72] 发明人 W·古斯 R·艾德尔 D·科斯皮

F·科克 P·兰德伯格

H·-M·米尔 H·兰格

R·瓦格纳 J·克罗特 A·莫勒

[56] 参考文献

EP1116813A1 2001.7.18

US4921895A 1990.5.1

WO0218528A1 2002.3.7

审查员 王勤耕

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司

代理人 周承泽

权利要求书 11 页 说明书 22 页

[54] 发明名称

织物整理用硅软化剂配方

[57] 摘要

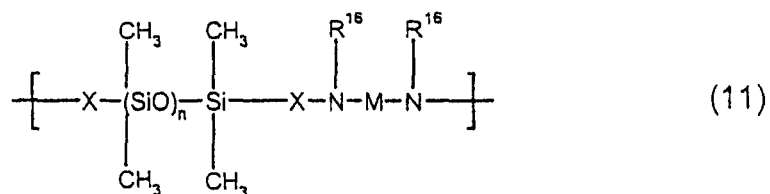
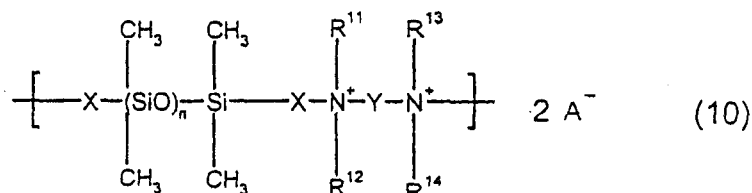
本发明涉及新颖的配方，包含至少一种季铵化氨基烷基硅氧烷以及至少一种选自下列的化合物：

a) 亲水性，非离子化界面活性化合物，b) 亲水性分散剂和 c) 二价或三价金属与无机酸的盐。所述配方可用作在按照连续或拉出过程中整理织物结构的织物软化剂，其特点是具有剪切稳定性。

1. 一种配方, 包含至少一种季铵化氨基烷基硅氧烷以及至少一种选自下列的化合物:

(a) 亲水性, 非离子化界面活性化合物;

所述季铵化氨基烷基硅氧烷是线性或环状聚硅氧烷聚合物, 该聚合物具有下式(10)和(11)的重复结构单元:



其中,

X 是有至少 4 个碳原子的二价烃基, 有羟基, 被一个氧原子打断, 在重复单元中的 X 基团相同或不同,

Y 是至少有 2 个碳原子的二价烃基, 有羟基, 并被一个或多个氧原子或氮原子打断,

R^{11} , R^{12} , R^{13} 以及 R^{14} 相同或不同, 各自是有 1 至 4 个碳原子的烷基或苄基, 或者 R^{11} 和 R^{13} , 或 R^{12} 和 R^{14} 是桥接亚烷基组分,

R^{16} 是 H 或具有 1 至 20 个碳原子的烷基, 被氧取代,

M 是 $-\text{B}-\text{O}-(\text{EOx})_v(\text{POx})_w-\text{B}-$, 其中

EOx 是环氧乙烷单元, POx 是环氧丙烷单元,

B 是直链或支链 C_2-C_6 -亚烷基,

v 在 0 到 200 之间,

w 在 0 到 200 之间,

$v+w \geq 1$,

n 在 2 至 1000 之间, 其中重复单元中的 n 相同或不同,

A⁻是无机或有机阴离子,

所述亲水性、非离子化界面活性化合物(a)是用环氧乙烷/环氧丙烷即 EO/PO, 任选支链的脂肪醇、脂肪酸、烷基芳基衍生物、脂肪胺、甘油酯和山梨聚糖酯改性的化合物, 各化合物中, EO/PO 单元数在 15 至 150 之间, PO 单元与 EO 单元的比值等于或小于 0.25, 其中, 环氧乙烷单元即 EO 部分大于或等于非 EO 部分的碳原子数, 或者是烷基聚配糖和环氧乙烷/环氧丙烷共聚物。

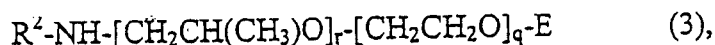
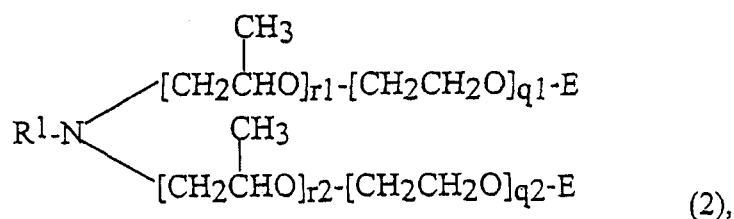
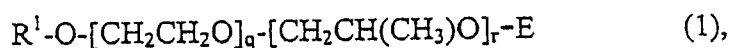
2. 如权利要求 1 所述的配方, 其特征在于所述二价烃基含有羟基; 和/或化合物 (a) 是用环氧乙烷/环氧丙烷即 EO/PO, 任选不饱和的脂肪醇、脂肪酸、烷基芳基衍生物、脂肪胺、甘油酯和山梨聚糖酯改性的化合物, 各化合物中, EO/PO 单元数在 15 至 150 之间, PO 单元与 EO 单元的比值等于或小于 0.25, 其中, 环氧乙烷单元即 EO 部分大于或等于非 EO 部分的碳原子数, 或者是烷基聚配糖和环氧乙烷/环氧丙烷共聚物。

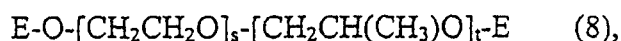
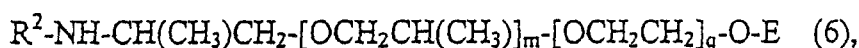
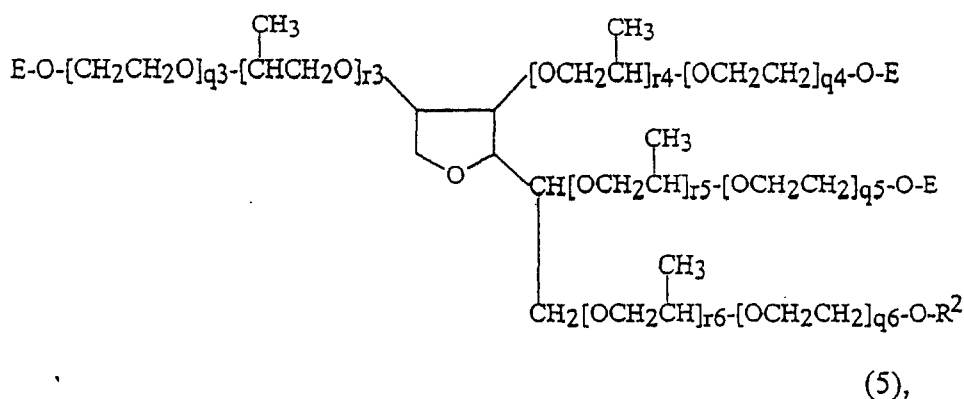
3. 如权利要求 1 中所述的配方, 它还包括亲水性分散剂(b), 所述亲水性分散剂是选自取代纤维素类的水溶性聚糖。

4. 如权利要求 1 所述的配方, 它还包括二价或三价金属与无机酸的盐。

5. 如权利要求 4 所述的配方, 其特征在于, 盐(c)是金属钙、镁或铝与氢氯酸、硫酸或磷酸的盐, 或者, 所述盐以它们的水合物形式存在。

6. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方, 其特征在于, 化合物(a)是下式 (1)至 (3) 以及 (5) 至(8)的化合物,





其中,

E 是 R^1 , 氢, 直链或支链, 饱和或单或多不饱和 $\text{C}_1\text{-C}_{18}$ -烷基, 任选被 -OH, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代, 或者是 $\text{C}_5\text{-C}_{10}$ -环烷基, 任选被 $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷基, -OH, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

R^1 是直链或支链, 饱和或不饱和 $\text{C}_8\text{-C}_{40}$ -烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 它任选被 -OH, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷基氨基单取代或多取代, 或是 $\text{C}_5\text{-C}_{10}$ -环烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 环烷基任选被 $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷基, -OH, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷基氨基单取代或多取代,

R^2 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和 $\text{C}_8\text{-C}_{40}$ -烷基, 任选被 -OH, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

其中,

q 为 15 至 150,

q_1 及 q_2 各自独立, 在 0 至 150 之间,

其中 $q_1+q_2=q$,

q_3, q_4, q_5 及 q_6 各自独立, 在 0 至 150 之间,

其中 $q_3+q_4+q_5+q_6=q$,

r 在 0 至 50 之间,

r_1 及 r_2 各自独立, 在 0 至 50 之间,

其中 $r_1+r_2=r$,

r_3, r_4, r_5 及 r_6 各自独立, 在 0 至 50 之间,

其中 $r_3+r_4+r_5+r_6=r$,

$r:q \leq 0.25$,

m 为 1 至 50,

m_7 及 m_8 各自独立, 在 1 至 50 之间,

其中 $2 \leq m_7+m_8$, 且 $m_7+m_8=m+1$,

$q:m \geq 4$,

s 在 5 至 150 之间,

t 在 5 至 150 之间,

其中 $0.05 \leq s:t \leq 20$ 。

7. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方, 其特征在于, 化合物(a)是如权利要求 6 中所述的式(1)至 (3) 以及 (5) 至(8)的化合物, 其中

E 是氢, 直链或支链, 饱和或单或多不饱和 C_1 - C_4 -烷基, 任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代, 或是 C_5 - C_6 -环烷基, 任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

R^1 是直链或支链, 饱和或不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 它任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代, 或是 C_5 - C_6 -环烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 环烷基任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代,

R^2 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 烷基任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

q_1 及 q_2 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 $q_1+q_2=q$,

q_3, q_4, q_5 及 q_6 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 $q_3+q_4+q_5+q_6=q$,

r 在 0 至 20 之间,

r_1 及 r_2 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 $r_1+r_2=r$,

r_3, r_4, r_5 及 r_6 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 $r_3+r_4+r_5+r_6=r$,

$r:q \leq 0.25$,

m 为 1 至 7,

m_7 及 m_8 各自独立, 在 1 至 7 之间,

其中 $2 \leq m_7+m_8$, 且 $m_7+m_8=m$,

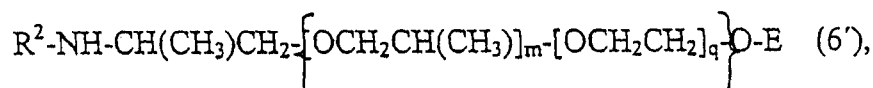
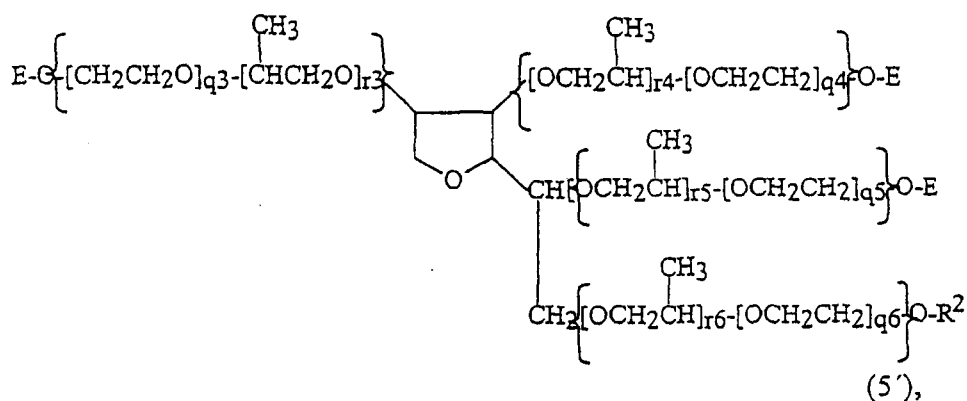
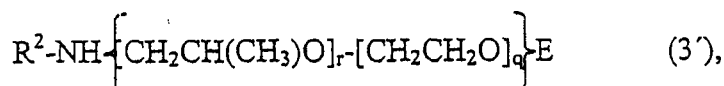
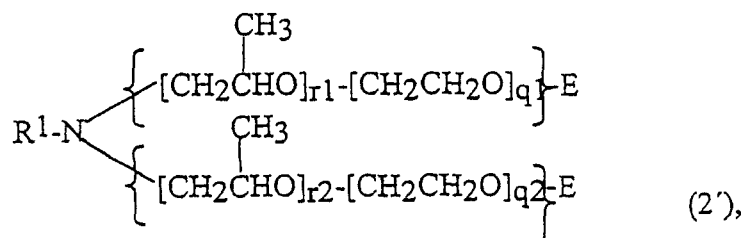
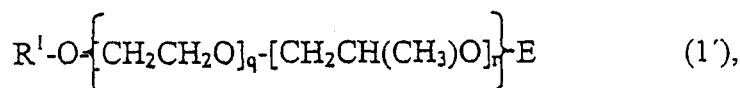
$q:m \geq 4$,

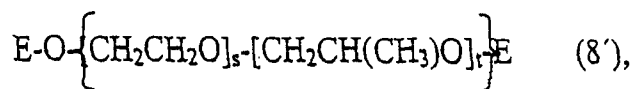
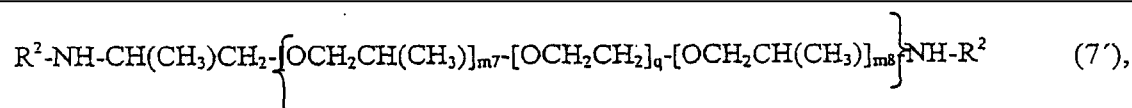
s 在 5 至 100 之间,

t 在 5 至 100 之间,

其中 $0.05 \leq s:t \leq 20$ 。

8. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方, 其特征在于, 化合物(a)是下式(1')至(3')以及(5')至(8')的化合物





其中,

式(1')-(8')中所示括号“{”及“}”表示这些括号内的环氧乙烷或环氧丙烷单元按所示嵌段型排列或者无规分布,

E 是 R^1 、氢、直链或支链, 饱和或单或多不饱和 C_1 - C_{18} -烷基, 任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代, 或是 C_5 - C_{10} -环烷基, 任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

R^1 是直链或支链, 饱和或不饱和 C_8 - C_{40} -烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 它任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代, 或是 C_5 - C_{10} -环烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 环烷基任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代, 或是 C_6 - C_{10} 芳基, 芳基任选被取代,

R^2 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和 C_8 - C_{40} -烷基, 任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

q 为 15 至 150,

q1 及 q2 各自独立, 在 0 至 150 之间,

其中 $q1+q2=q$,

q3, q4, q5 及 q6 各自独立, 在 0 至 150 之间,

其中 $q3+q4+q5+q6=q$,

r 在 0 至 50 之间,

r1 及 r2 各自独立, 在 0 至 50 之间,

其中 $r1+r2=r$,

r3, r4, r5 及 r6 各自独立, 在 0 至 50 之间,

其中 $r3+r4+r5+r6=r$,

$r:q \leq 0.25$,

m 为 1 至 50,

m7 及 m8 各自独立, 在 1 至 50 之间,

其中 $2 \leq m7 + m8$,

q: $m \geq 4$,

s 在 5 至 150 之间,

t 在 5 至 150 之间。

9. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方, 其特征在于, 化合物(a)是权利要求 8 中所述的式(1')至(3')以及(5')至(8')的化合物, 其中

E 是氢, 直链或支链, 饱和或单或多不饱和 C_1 - C_4 -烷基, 任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代, 或是 C_5 - C_6 -环烷基, 任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

R^1 是直链或支链, 饱和或不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 它任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代, 或是 C_5 - C_6 -环烷基, 其烷基链任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 环烷基任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基单取代或多取代, 或是 C_6 - C_{10} 芳基, 任选被取代,

R^2 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 任选被 -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

q 在 20-100 之间,

q1 及 q2 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 $q1 + q2 = q$,

q3, q4, q5 及 q6 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 $q3 + q4 + q5 + q6 = q$,

r1 及 r2 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 $r1 + r2 = r$,

r3, r4, r5 及 r6 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 $r3 + r4 + r5 + r6 = r$,

r: $q \leq 0.25$,

m 为 1 至 7,

m7 及 m8 各自独立, 在 1 至 7 之间,

其中 $2 \leq m_7 + m_8$,

$q: m \geq 4$,

s 在 5 至 150 之间,

t 在 5 至 150 之间,

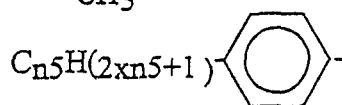
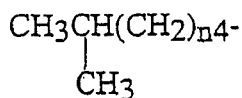
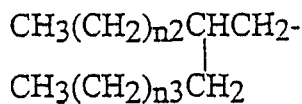
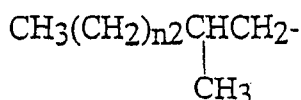
其中, $t:s \leq 0.25$ 。

10. 如权利要求 8 所述的配方, 其特征在于, 所述芳基被 C_3 - C_{15} 烷基取代。

11. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方, 其特征在于, 化合物(a)对应于权利要求 6 所述的式(1)至 (3) 以及 (5) 至(8), 其中

E 是 $H-$, CH_3- , CH_3CH_2- , $CH_3CH_2CH_2-$, $(CH_3)_2CH-$, $CH_3CH_2CH_2CH_2-$ 或者 $CH_3C(O)-$,

R^1 是下列式的基团



其中,

$n_1 = 9$ 至 23,

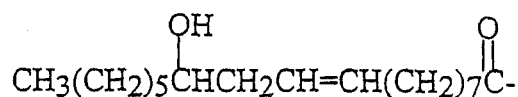
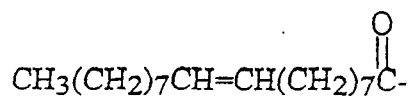
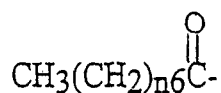
$n_2 = 3$ 至 23

$n_3 = 0$ 至 18

$n_4 = 7$ 至 23,

$n_5 = 3$ 至 15,

R^2 是下列式的基团



其中

$n6=8$ 至 28 ,

q 为 25 至 60 ,

$q1$ 及 $q2$ 各自独立, 在 25 至 60 之间,

其中 $q1+q2=q$,

$q3, q4, q5$ 及 $q6$ 各自独立, 在 25 至 60 之间,

其中 $q3+q4+q5+q6=q$,

r 在 0 至 10 之间,

$r1$ 及 $r2$ 各自独立, 在 0 至 10 之间,

其中 $r1+r2=r$,

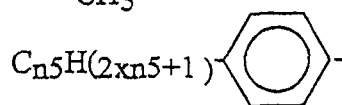
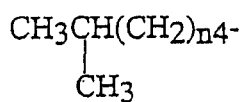
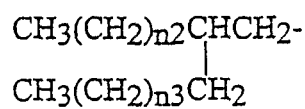
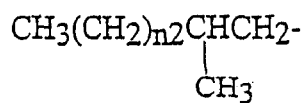
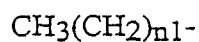
$r3, r4, r5$ 及 $r6$ 各自独立, 在 0 至 10 之间,

$r:q \leq 0.25$ 。

12. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方, 其特征在于, 化合物(a)对应于权利要求 8 中所述的式(1')至(3')以及(5')至(8'), 其中

E 是 $\text{H}-$, CH_3- , CH_3CH_2- , $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $(\text{CH}_3)_2\text{CH}-$, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 或者 $\text{CH}_3\text{C}(\text{O})-$,

R^1 是下列式的基团



其中,

$n1=9$ 至 23 ,

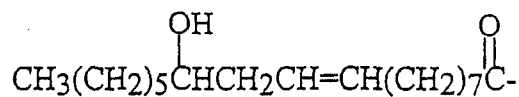
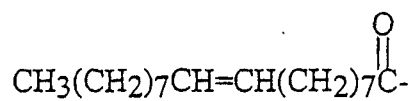
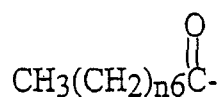
$n2=3$ 至 23 ,

$n3=0$ 至 18

$n4=7$ 至 23 ,

$n5=3$ 至 15 ,

R^2 是下列式的基团



其中

$n6=8$ 至 28 ,

q 为 25 至 60 ,

$q1$ 及 $q2$ 各自独立, 在 25 至 60 之间,

其中 $q1+q2=q$,

q_3, q_4, q_5 及 q_6 各自独立, 在 25 至 60 之间,

其中 $q_3+q_4+q_5+q_6=q$,

r 在 0 至 10 之间,

r_1 及 r_2 各自独立, 在 0 至 10 之间,

其中 $r_1+r_2=r$,

r_3, r_4, r_5 及 r_6 各自独立, 在 0 至 10 之间,

其中 $r_3+r_4+r_5+r_6=r$ 。

13. 如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方, 其特征在于, 化合物(a)是 1mol 硬脂酸与 40mol EO 的酯。

14. 如权利要求 1 至 13 中任一项所述的配方的应用, 其应用是通过连续或消耗过程在整理织物结构体时作为织物软化剂。

15. 如权利要求 14 所述的应用, 其特征在于, 用于整理由棉、角蛋白纤维、丝、合成纤维或者上述物质的混合物制备的织物结构。

16. 如权利要求 15 所述的应用, 其特征在于所述角蛋白纤维是羊毛。

17. 如权利要求 15 所述的应用, 其特征在于, 用于整理由棉与聚酯、聚酰胺、聚丙烯腈、羊毛或丝的混合物制备的织物结构。

18. 如权利要求 15 所述的应用, 其特征在于, 用于整理由聚酯、聚酰胺、聚丙烯或者它们的混合物制备的织物结构。

19. 如权利要求 15 或 17 所述的应用, 其特征在于, 由棉或者棉与聚酯、聚酰胺、聚丙烯腈、羊毛或者丝的混合物制成的织物结构已用阴离子增白剂预处理, 所述织物在喷射染色装置中整理。

20. 制备如权利要求 1 至 5 中任一项所述的配方的方法, 其特征在于, 将权利要求 1 中所定义的季节化氨基烷基硅氧烷与亲水性, 非离子化界面活性化合物 (a) 以及任选的助剂和/或添加剂在 20 至 90°C 温度范围混合。

织物整理用硅软化剂配方

本发明涉及基于季铵化氨烷基硅酮或硅氧烷的新配方，制备这些配方的方法，以及这些配方作为织物助剂在整理织物材料时的应用。

硅软化剂广泛应用于织物材料整理。有机硅软化剂乳液的实际使用中，对贮存稳定性、热稳定性、耐漂白剂以及耐其他阴离子织物助剂的性能、耐 pH 值变化性及耐盐添加性以及抵抗机械能的性质的要求十分重要。尤其是机械能稳定性，剪切稳定性或喷射稳定性经常会使有机硅软化剂乳液在工业条件下很难使用(cf. R. Zyschka, Melliand Textilberichte 6/2001, 497)。

微乳液通常能提供基本的热力学稳定性。大量出版物中，通常将平衡相行为作为需乳化的油结构和/或者表面活性剂的变量。对添加无机盐也同样进行了系统的研究(cf. M. Kahlweit 等人, Langmuir 11[1995], 3382; M. Kahlweit 等人, Langmuir 11[1995])。同样也研究了低分子量有机硅的微乳液平衡相行为(EP-A 774482; H. von Berlepsch 等人, Progr. Colloid Polymer Science 111[1998],107)。

关于软化组分，提出了烃基 quats 与有机硅 quats(silicone quats)的组合或其他硅聚醚与有机硅 quats 的组合(US-A 4921895)。

为了提高亲水性，广泛使用的氨烷基硅氧烷正在越来越多地被聚醚改性的氨烷基硅氧烷油代替(cf. EP-A 578144)。

还提出了在聚醚及氨基取代硅酮中添加硅氧基甲硅烷基结构(US-A 20020028900)。

最后，在 WO 02/10256, WO 02/10257 以及 WO 02/10259 中披露了基于有机硅 quats 的真正永久亲水性的织物软化剂。

氨烷基硅氧烷精细微乳液可以两段法获得，即通过制备氨烷基硅氧烷、有机硅-不可溶表面活性剂与少量水的浓缩液，再快速搅拌倒入水中获得(US-A 4620878)。

根据 DE-A 3723697，氨硅氧烷乳液因使用水溶性非离子乳化剂而具有力学稳定性。对于现代喷射设备所能达到的最大剪切应力，已经发现 DE-A 3723697 中披露的乳液不足以防止在喷射设备以及要处理的织物上出现沉积物。

根据 WO 02/10501，氨基官能团有机硅化合物即使是在不使用水溶性非离子化乳

液的喷射染色机中也具有力学稳定性。已经发现, WO 02/10501 中披露的发明同样不能有效防止进行区别预处理的织物上出现沉积物。

采用甜菜碱, 任选与 HLB 范围在 5 至 16 之间的非离子化表面活性剂组合, 氨基硅氧烷也可以达到力学稳定性(参考 US-A 5573694; US-A 5520827)。

已知在染色技术中, 含有磺化烷基萘基衍生物以及卤代烃的复合混合物可以用作喷射稳定染色加速剂配方(US-A 4080166)。

这类磺化萘基衍生物与脂肪醇乙氧基化物组合也可以用来稳定可喷墨配方(US-A 6302948)。脂肪醇乙氧基化物与一定大小的颜料组合同样能得到可喷墨系统(US-A 6099627)。

最后, 已知强酸盐, 例如 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 能确保热转移印刷浆料中阳离子染料的质子化, 但同时会损坏它们的稳定性(参考 US-A 5925701)。

所有这些提出的方案中, 都没有暗示有方法能有效稳定有机硅基织物软化剂, 较好是氨基硅氧烷及季铵化氨基烷基硅氧烷(silicone quat)的乳液或微乳液, 使其抵抗现代喷射系统机械能输入高、液体比例变化很大及对纤维进行不同预处理的影响。而且, 现有技术也没有披露任何能限制织物软化剂配方在高机械能输入的同时发生高发泡趋势(引起污点形成)的方法。

因此, 本发明的目标在于说明一种方法, 该方法能在高能量输入(在现代喷射系统中极高的剪切力)、液体比例变化大的情况下, 有效稳定硅基织物软化剂, 尤其是氨基硅氧烷及季铵化氨基烷基硅氧烷(有机硅 quat)的乳液或微乳液, 并能同时限制不同预处理的影响以及发泡趋势。

令人吃惊的是, 发现将季铵化氨基烷基硅氧烷与高度亲水性非离子化界面活性化合物(表面活性剂)和/或者高度亲水性分散剂和/或者多价阳离子盐以及任选的常用配方试剂组合, 可以实现本发明的目标。

因此本发明涉及的配方含有至少一种季铵化氨基烷基硅氧烷以及选自下面的至少一种化合物:

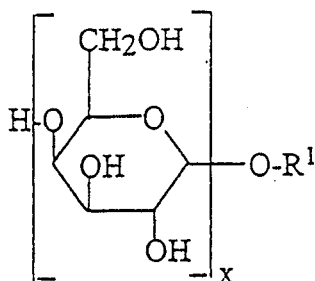
- a) 亲水性、非离子化界面活性化合物,
- b) 亲水性分散剂,
- c) 二价或三价金属与无机酸的盐。

本发明中优选的亲水性、非离子化界面活性化合物(a)是能将水的表面张力降低至 45mN/m 的物质, 尤其是用环氧乙烷和/或环氧丙烷(EO/PO), 任选的不饱和和/或含支

链的脂肪醇、脂肪酸、醇类、酸类、烷基芳基衍生物、脂肪胺、甘油酯以及山梨聚糖酯改性的化合物,各化合物中,EO/PO单元数在15至150之间,PO单元与EO单元比等于或小于0.25,在各化合物中,环氧乙烷单元数(EO份数)大于或等于非EO份数中的碳原子数,或者化合物也可以是烷基多配糖、环氧乙烷/环氧丙烷的共聚物及聚醚硅氧烷。

本发明中的亲水性分散剂(b)是加入水中后能将水的表面张力降至72至45mN/m的物质。

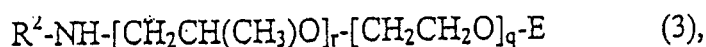
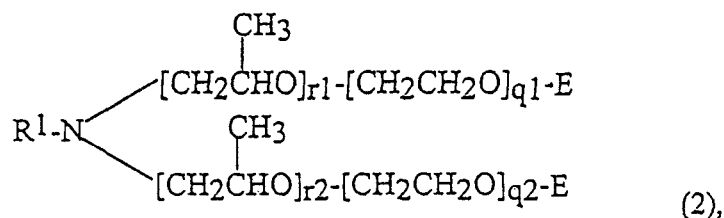
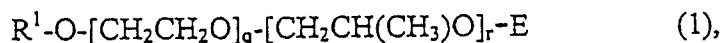
优选的化合物(b)是水溶性多聚糖,例如羧甲基纤维素,羟乙基纤维素,甲基羟丙基纤维素或者是具有下式的化合物:

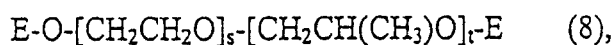
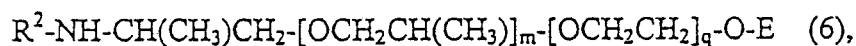
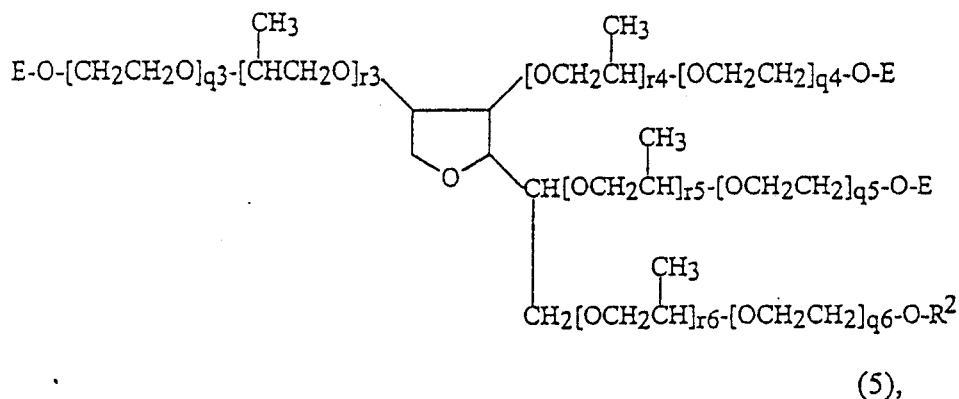
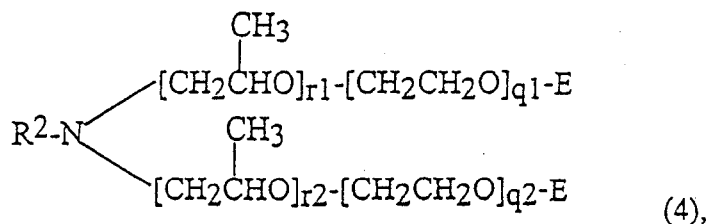


其中, x 为 1.5 至 20, 优选 1.5 至 10。

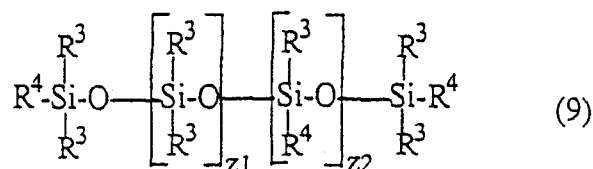
盐(c)是化合价为两价或更高价的金属盐,优选钙盐、镁盐及铝盐,也可以是其氢氧化物与无机酸如氢氯酸、硫酸及磷酸形式的盐。选择反离子,从而使得在盐给定稳定性时能确保具有足够水及配料溶解度。这类盐的例子有 $\text{Ca}(\text{Cl})_2$, $\text{Mg}(\text{Cl})_2$ 以及 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, 任选是其水合物的形式。

具体的, 化合物(a)是下列式的化合物:





或聚醚硅氧烷(9)



其中，

E 是 R¹ 基团, 氢、直链或支链、饱和或单-或多不饱和 C₁-C₁₈-烷基, 任选被 -OH, C₁-C₄-烷氧基, C₁-C₄-烷氧基羰基单取代或多取代, 或是 C₅-C₁₀-环烷基, 任选被 C₁-C₄-烷基, -OH, C₁-C₄-烷氧基, C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基单取代或多取代;

R¹ 是直链或支链，饱和或不饱和 C₈-C₄₀-烷基，其烷基链可任选被氧原子和/者氮原子单或多打断，可任选被-OH, C₁-C₄-烷氧基，C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基，氨基，单-或二-C₁-C₄-烷基氨基单取代或多取代，或 R¹ 是 C₅-C₁₀-环烷基，环烷基的烷基链可任选被氧原子和/或氮原子单或多打断，可任选被 C₁-C₄-烷基，-OH, C₁-C₄-烷氧基，C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基，氨基，单-或二-C₁-C₄-烷基氨基单取代或多取代；

R^2 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和的 C_8-C_{40} -烷基, 可任选被-OH, C_1-C_4 -烷氧基, C_1-C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代;

R^3 是直链或支链 C_1-C_{26} -烷基或 C_6-C_{10} -芳基,

$-CH_2CH_2-O-[CH_2CH_2O]_q-[CH_2CH(CH_3)O]_r-E$,

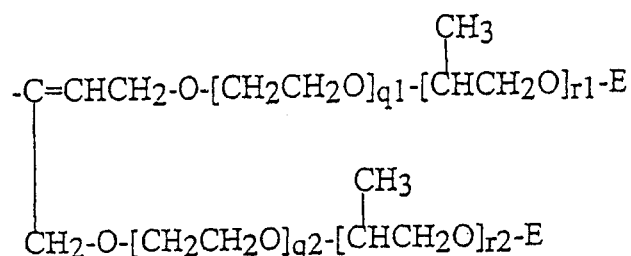
$-CH_2CH_2CH_2-O-[CH_2CH_2O]_q-[CH_2CH(CH_3)O]_r-E$

$-CH_2CH_2CH_2-O-CH_2CHOHCH_2-O-[CH_2CH_2O]_q-[CH_2CH(CH_3)O]_r-E$

$-Z-[CH_2CH_2O]_q-[CH_2CH(CH_3)O]_r-E$

其中,

Z 是直链或支链烷基或环烷基, Z 被-O-和/或-CO-打断, 并可任选被至少一个 OH 基团或下式基团取代



q 为 15 至 150,

q_1 及 q_2 各自独立在 0 至 150 之间,

其中 $q_1+q_2=q$,

q_3, q_4, q_5 及 q_6 各自独立, 在 0 至 150 之间,

其中 $q_3+q_4+q_5+q_6=q$,

r 在 0 至 50 之间,

r_1 及 r_2 各自独立, 在 0 至 50 之间,

其中 $r_1+r_2=r$,

r_3, r_4, r_5 及 r_6 各自独立, 在 0 至 50 之间,

其中 $r_3+r_4+r_5+r_6=r$,

$r:q \leq 0.25$,

m 为 1 至 50,

m_7 及 m_8 各自独立, 在 1 至 50 之间,

其中 $2 \leq m_7+m_8, m_7+m_8=m+1$,

$q:m \geq 4$,

s 在 5 至 150 之间,

t 在 5 至 150 之间,

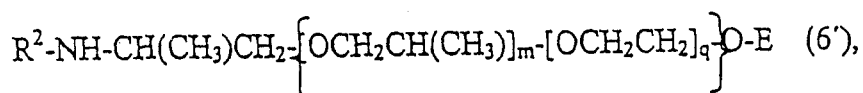
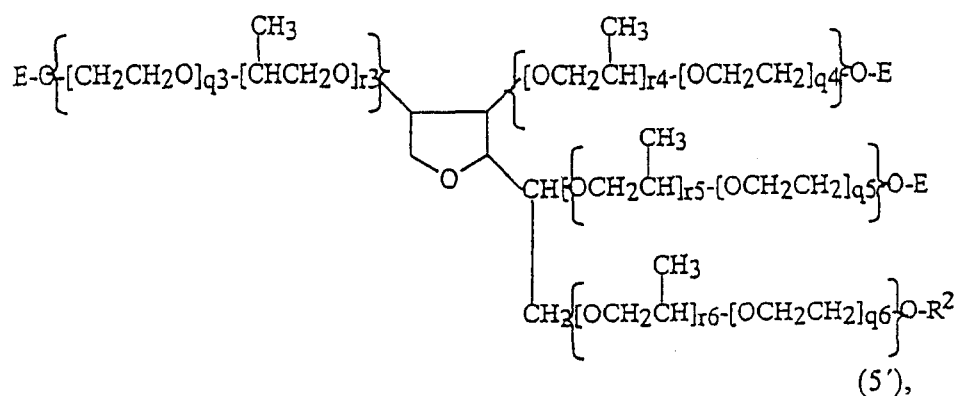
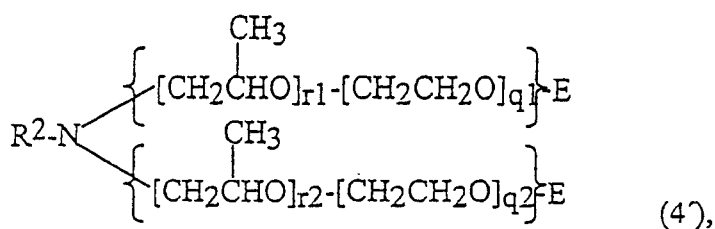
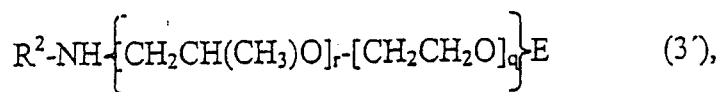
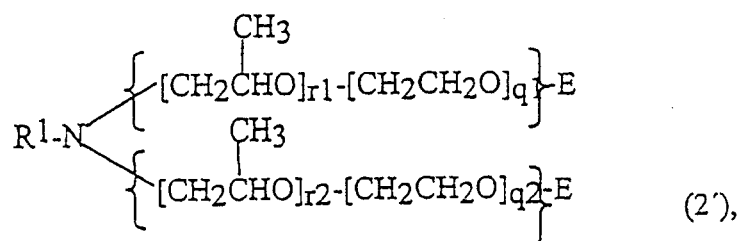
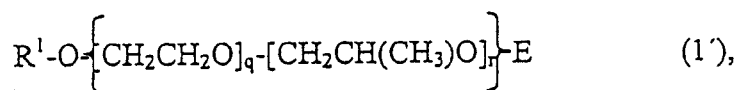
其中 $0.05 \leq s:t \leq 20$,

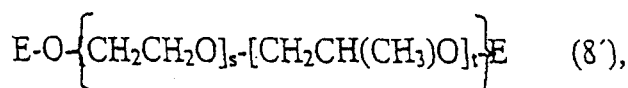
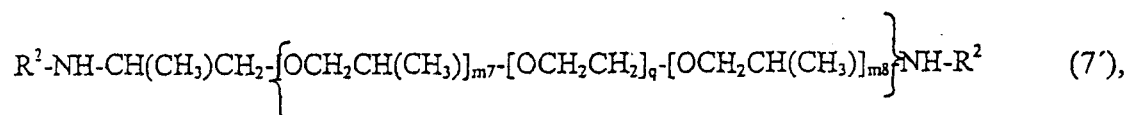
$0 \leq z1 \leq 2000$,

至少有一个 $R4 \neq R3$,

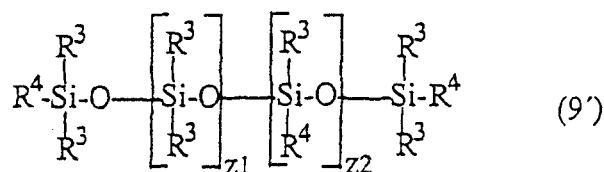
$0.01 \leq \Sigma \text{ 烷基 } R^3 : \Sigma q+r \leq 1$ 。

具体的, 化合物(a)也可以是下式(1')至(9')的化合物,





或聚醚硅氧烷(9')



其中,

式(1')-(8')中所示括号“{”及“}”表示这些括号内的环氧乙烷或环氧丙烷单元可以按所示嵌段型排列或者也可以无规分布。

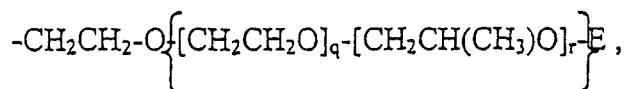
E 是 R¹ 基团、氢、直链或支链, 饱和或单不饱和或多不饱和的 C₁-C₁₈-烷基, 可任选被-OH, C₁-C₄-烷氧基, C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基单取代或多取代, 或者 E 是 C₅-C₁₀-环烷基, 可任选被 C₁-C₄-烷基, -OH, C₁-C₄-烷氧基, C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基单取代或多取代;

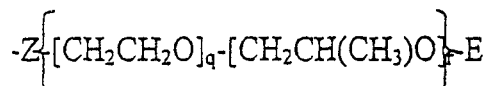
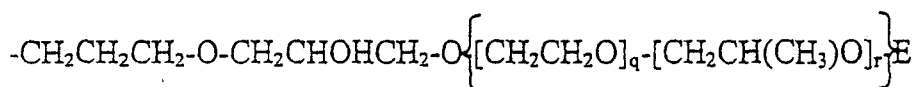
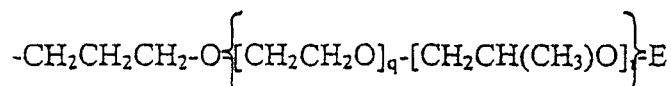
R¹ 是直链或支链, 饱和或不饱和的 C₈-C₄₀-烷基, 其烷基链可任选择被氧原子和/或氮原子打断, 它可任选被-OH, C₁-C₄-烷氧基, C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C₁-C₄-烷基氨基单取代或多取代, 或者是 C₅-C₁₀-环烷基, 其烷基链可任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 环烷基可任选被 C₁-C₄-烷基, -OH, C₁-C₄-烷氧基, C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C₁-C₄-烷基氨基单取代或多取代, 或者是 C₆-C₁₀ 芳基, 可任选被取代, 尤其是被 C₃-C₁₅ 烷基取代;

R² 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和的 C₈-C₄₀-烷基, 可任选被-OH, C₁-C₄-烷氧基, C₁-C₄-烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

R³ 是直链或支链 C₁-C₂₆-烷基或 C₆-C₁₀-芳基,

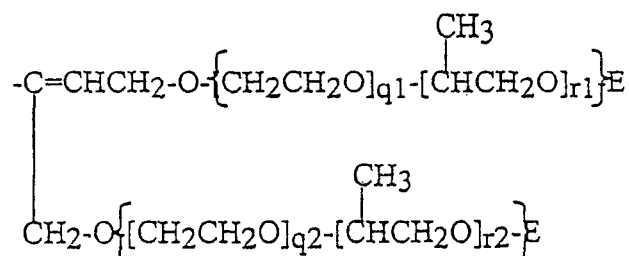
R⁴ 是 R³, 或者是下列式的基团,





其中,

Z 是直链或支链烷基或环烷基, Z 被-O-和/或-CO-打断, 可任选被至少一个 OH 基或下式基团取代



其中, 上述式中提及的括号“{”及“}”也表示这些括号内的环氧乙烷或环氧丙烷单元可以所示的嵌段排列或者也可以无规分布,

q 为 15 至 150,

q1 及 q2 各自独立在 0 至 150 之间,

其中 q1+q2=q,

q3, q4, q5 及 q6 各自独立在 0 至 150 之间,

其中 q3+q4+q5+q6=q,

r 在 0 至 50 之间,

r1 及 r2 各自独立在 0 至 50 之间,

其中 r1+r2=r,

其中 r3+r4+r5+r6=r,

r:q≤0.25,

m 为 1 至 50,

m7 及 m8 各自独立在 1 至 50 之间,

其中 2≤m7+m8,

$q:m \geq 4$,

s 在 5 至 150 之间, 优选 15-150,

t 在 5 至 150 之间, 优选 5 至 150, 最好是 5 至 20,

其中, $t:s \leq 0.25$

$0 \leq z1 \leq 2000$,

$0 \leq z2 \leq 2000$,

至少有一个 $R4 \neq R3$,

对于式(9'):

$0.01 \leq \sum \text{烷基 } R^3: \sum q+r \leq 1$ 。

具体的, 化合物(a) 是式(1)至(9)的化合物, 其中

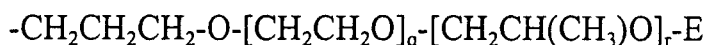
E 是氢, 直链或支链, 饱和或单或多不饱和的 C_1 - C_4 -烷基, 可任选被-OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代, 或者是 C_5 - C_6 -环烷基, 可任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代。

R^1 是直链或支链, 饱和或不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 其烷基链可任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 它可任选被-OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代, 或者是 C_5 - C_6 -环烷基, 其烷基链可任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 可任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代,

R^2 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 可任选被-OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

R^3 是直链或支链 C_1 - C_{18} -烷基或 C_6 - C_{10} -芳基,

R^4 是 R^3 , 或者是下式的基团,



q 为 20 至 100,

$q1$ 及 $q2$ 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 $q1+q2=q$,

$q3, q4, q5$ 及 $q6$ 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 $q3+q4+q5+q6=q$,

r 在 0 至 20 之间,

$r1$ 及 $r2$ 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 $r_1+r_2=r$,

r_3, r_4, r_5 及 r_6 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 $r_3+r_4+r_5+r_6=r$,

$r:q \leq 0.25$,

m 为 1 至 7,

m_7 及 m_8 各自独立, 在 1 至 7 之间,

其中 $2 \leq m_7+m_8$, 且 $m_7+m_8=m+1$,

$q:m \geq 4$,

s 在 5 至 100 之间,

t 在 5 至 100 之间,

其中 $0.05 \leq s:t \leq 20$,

$0 \leq z_1 \leq 2000$,

$0 \leq z_2 \leq 2000$,

至少有一个 $R_4 \neq R_3$,

$0.01 \leq \sum \text{烷基 } R^3: \sum q+r \leq 0.5$ 。

具体的, 化合物(a)是分子式(1')至(9')的化合物, 其中,

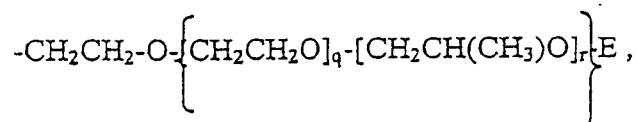
E 是氢, 直链或支链, 饱和或单或多不饱和 C_1 - C_4 -烷基, 可任选被-OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代, 或者是 C_5 - C_6 -环烷基, 环烷基可任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或双取代。

R^1 是直链或支链, 饱和或不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 其烷基链可任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 它可任选被-OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代, 或者是 C_5 - C_6 -环烷基, 其烷基链可任选被氧原子和/或氮原子单个或多个打断, 环烷基可任选被 C_1 - C_4 -烷基, -OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基, 氨基, 单-或二- C_1 - C_4 -烷基氨基单取代或多取代, 或者是 C_6 - C_{10} 芳基, 它可任选被取代, 尤其是被 C_3 - C_{15} 烷基取代,

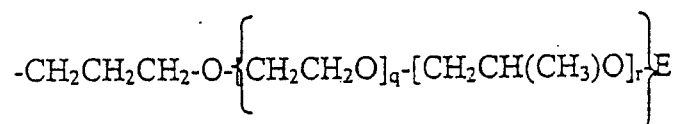
R^2 是直链或支链, 饱和或单-至多不饱和 C_{10} - C_{36} -烷基, 烷基可任选被-OH, C_1 - C_4 -烷氧基, C_1 - C_4 -烷氧基羰基或羰基单取代或多取代,

R^3 是直链或支链 C_1 - C_{18} -烷基或 C_6 - C_{10} -芳基,

R^4 是 R^3 , 或者是下列式的基团,



或者



q 为 20 至 100,

q₁ 及 q₂ 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 q₁+q₂=q,

q₃, q₄, q₅ 及 q₆ 各自独立, 在 20 至 100 之间,

其中 q₃+q₄+q₅+q₆=q,

r 在 0 至 20 之间,

r₁ 及 r₂ 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 r₁+r₂=r,

r₃, r₄, r₅ 及 r₆ 各自独立, 在 0 至 20 之间,

其中 r₃+r₄+r₅+r₆=r,

r:q≤0.25,

m 为 1 至 7,

m₇ 及 m₈ 各自独立, 在 1 至 7 之间,

其中 2≤m₇+m₈,

q:m≥4,

s 在 5 至 100 之间, 优选 15 至 100,

t 在 5 至 100 之间, 优选 5 至 20,

其中 t:s≤0.25,

0≤z₁≤2000,

0≤z₂≤2000,

至少有一个 R₄≠R₃,

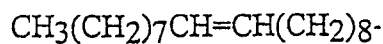
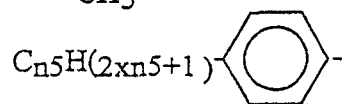
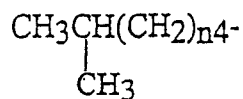
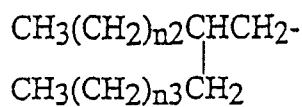
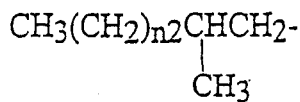
对于式(9'):

0.01≤Σ烷基 R³: Σq ≤0.5。

较好的化合物(a)是分子式(1)至(9)的那些化合物, 其中

E 是 H-, CH₃-, CH₃CH₂-, CH₃CH₂CH₂-, (CH₃)₂CH-, CH₃CH₂CH₂CH₂-或者 CH₃C(O)-,

R¹ 是具有下列式的基团



其中,

n₁=9 至 23,

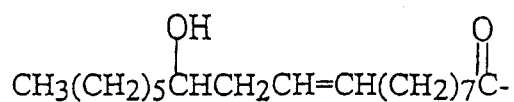
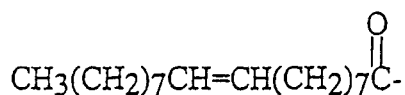
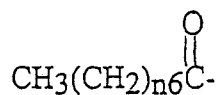
n₂=3 至 23

n₃=0 至 18

n₄=7 至 23,

n₅=3 至 15,

R² 是下列式的基团



其中

$n_6=8$ 至 28,

R^3 是 C_1 - C_{18} 烷基或 C_6 - C_{10} 芳基,

R^4 是 R^3 , 或下列式的基团

$-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}]_q-[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_r-\text{E}$,

或者

$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}]_q-[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_r-\text{E}$,

q 为 25 至 60,

q_1 及 q_2 各自独立, 在 25 至 60 之间,

q_3, q_4, q_5 及 q_6 各自独立, 在 25 至 60 之间,

其中 $q_3+q_4+q_5+q_6=q$,

r 在 0 至 10 之间,

r_1 及 r_2 各自独立, 在 0 至 10 之间,

其中 $r_1+r_2=r$,

r_3, r_4, r_5 及 r_6 各自独立, 在 0 至 10 之间,

其中 $r_3+r_4+r_5+r_6=r$,

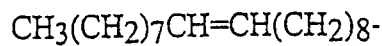
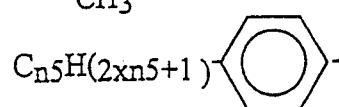
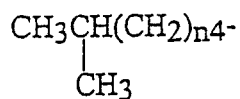
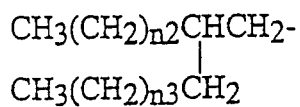
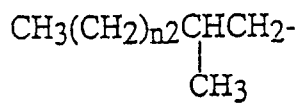
$r:q \leq 0.25$,

$0.01 \leq \sum \text{烷基 } R^3: \sum q+r \leq 0.1$ 。

更好的, 化合物(a)是式(1')至(9')的那些化合物, 其中

E 是 $\text{H}-$, CH_3- , CH_3CH_2- , $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $(\text{CH}_3)_2\text{CH}-$, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 或者 $\text{CH}_3\text{C}(\text{O})-$,

R^1 是下列式的基团



其中,

$n1=9$ 至 23 ,

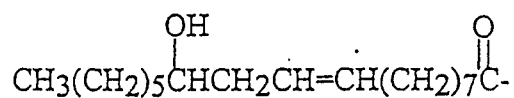
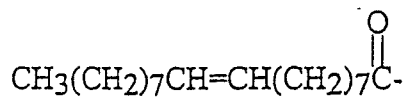
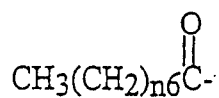
$n2=3$ 至 23 , 优选 6 至 23

$n3=0$ 至 18 , 优选 $n2+n3 \leq 31$,

$n4=7$ 至 23 ,

$n5=3$ 至 15 ,

R^2 是下列式的基团

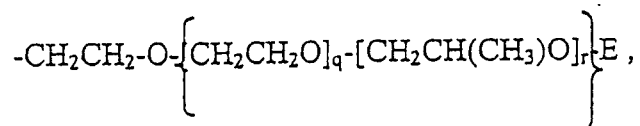


其中,

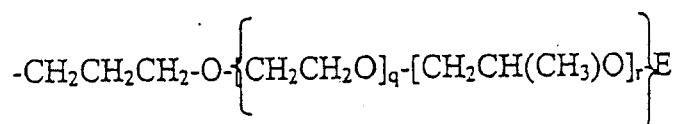
$n6=8$ 至 28 ,

R^3 是 C_1 - C_{18} 烷基或 C_6 - C_{10} 芳基,

R^4 是 R^3 , 或下列式的基团



或者



q 为 25 至 60,

q1 及 q2 各自独立, 在 25 至 60 之间,

q3, q4, q5 及 q6 各自独立, 在 25 至 60 之间,

其中 $q_3+q_4+q_5+q_6=q$,

r 在 0 至 10 之间,

r1 及 r2 各自独立, 在 0 至 10 之间,

其中 $r_1+r_2=r$,

r3, r4, r5 及 r6 各自独立, 在 0 至 10 之间,

其中 $r_3+r_4+r_5+r_6=r$,

$r:q \leq 0.25$,

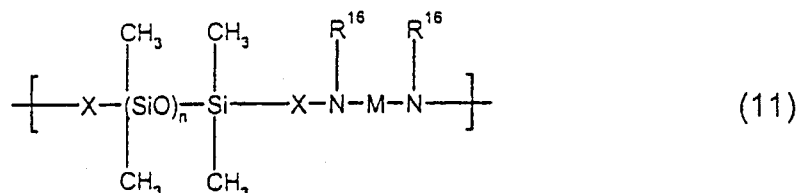
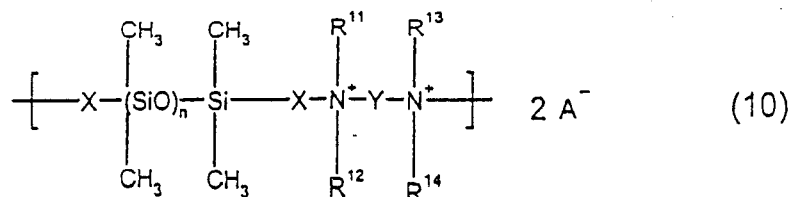
对于式(9'):

$0.01 \leq \sum \text{烷基 } R^3: \sum q \leq 0.1$ 。

特别优选的本发明配方包含如化合物(a), 含有硬脂酸酯以及 40mol EO。

本发明配方包含至少一种在氮原子上季铵化的氨基烷基硅氧烷化合物(有机硅 quat)。在 WO 02/10 256, WO 02/10 257, WO 01/10 259, EP282 720, EP 17 121, DE-A 100 36 533, DE-A 100 36 539, DE-A 100 36 532, DE-A 100 36 522 以及 DE-A 102 12 470 中已知这类化合物及它们的制备。

在发明配方中的季铵化氨基烷基硅氧烷化合物较好的对应于 WO 02-10259 中具有式(10)及(11)所示重复基本结构单元的线型或环状聚硅氧烷聚合物,



其中,

X 是有至少 4 个碳原子的二价烃基, 可以有羟基, 优选含有羟基, 可以被一个氧原子打断, 在重复单元中的 X 基团可以相同或不同,

Y 是至少有 2 个碳原子的二价烃基, 有羟基, 可以被一个或多个氧原子或氮原子打断,

R^{11} , R^{12} , R^{13} 以及 R^{14} 相同或不同, 各自是有 1 至 4 个碳原子烷基或苄基, 或者 R^{11} 和 R^{13} , 或 R^{12} 和 R^{14} 可以是桥接亚烷基组分,

R^{16} 是 H 或具有 1 至 20 个碳原子的烷基, 它可以被氧取代,

M 是 $-\text{B}-\text{O}-(\text{EOx})_v(\text{POx})_w-\text{B}-$ 结构, 其中

EOx 是环氧乙烷单元, POx 是环氧丙烷单元,

B 是直链或支链 C_2-C_6 -亚烷基,

v 在 0 到 200 之间,

w 在 0 到 200 之间,

$v+w \geq 1$,

n 在 2 至 1000 之间, 其中重复单元中的 n 可以相同可以不同。

A-是无机或有机阴离子。

在一些情况中, 本发明的配方还包含上述指定的季铵化氨基烷基硅氧烷化合物与相应非季铵化化合物的混合物。在这些非季铵化化合物中, 每个例子中, 式(10)中氮原子上主链的 R^{11} 或 R^{12} 基团中缺少一个基团, 或者 R^{13} 或 R^{14} 缺少一个基团。

根据本发明优选的季铵化氨基烷基硅氧烷化合物构成了 WO 02/10 259 的主体部分, 并在该专利中得到了总体而具体的说明。WO 02/10 259 内容由本发明全文参考结合于此。

本发明的优选实例方案中，亲水性、非离子化界面活性化合物(a)和/或亲水性分散体(b)和/或盐(c)的量与季铵化氨基烷基硅氧烷化合物量的重量比 $\Omega=0.05$ 至10，优选 $\Omega=0.05$ 至5，尤其是 $\Omega=0.05$ 至3， $\Omega=0.05$ 至1则更佳。 Ω 仅表示组分(a)至(c)的总量与有机硅 quats 量之比。当添加剂(a)和/或者(b)和/或(c)太小，纤维整理时的有效稳定性就不再存在，即举例来说，在强机械剪切、高温以及长整理循环条件中，在某些情况下无法保持剪切稳定性。大量添加剂不经济并且会以不希望的方式改变织物手感。

可以以两种方式加入所述的添加剂 a)至 c)。第一种，可以直接向配方中引入本发明添加剂。第二种，在操作条件下，优选首先将配方稀释至使用浓度，接着再向制备的液体中添加本发明添加剂。

除了组分(a)和/或(b)和/或(c)以外，发明配方还可以包含界面活性组分(f)，该组分能确保乳化或微乳化。

这些组分(f)是本领域技术人员已知的常用配方助剂，用于制备有机硅(微)乳液，是常用的助剂，然而，这些助剂在高能量输入时单独使用并不具有稳定性。这类优选的组分 f1)至 f6)包括：(f1)可以通过与环氧乙烷或环氧丙烷进行烷氧化反应得到的氧烷基化(oxalkylation)产物，含酚羟基的芳烃与甲醛及 NH 官能团的缩聚产物。f2) 非离子化或离子化改性化合物，选自烷氧基化物、烷基醇酰胺、酯、氧化胺以及烷基聚配糖得到的，尤其是烯化氧与可烷基化化合物的反应产物，例如脂肪醇、脂肪胺、脂肪酸、酚、烷基酚、酰胺基(carboxamide)及树脂酸。举例来说，它们可以是环氧乙烷与带有 6 至 25 个碳原子的饱和和/或不饱和脂肪醇的反应产物(市场上有售，例如 Renex®产品系列)或者是烷基上有 4 至 12 个碳原子的烷基酚，或有 14 至 20 个碳原子的饱和和/或不饱和脂肪胺，或有 14 至 22 个碳原子的饱和和/或不饱和脂肪酸，或者是由天然或改性，并且可任选加氢的蓖麻油脂制备的酯化和/或者芳基化产物，它们可任选与二羧酸进行酯化反应得到重复单元。f3)离子或非离子化合物，选自烯化氧与山梨聚糖[Tween, ICI]的反应产物，氧烷基化乙炔基二醇和乙二醇的反应产物，氧烷基化酚，尤其是苯酚/苯乙烯聚乙二醇醚。f4)离子或非离子的聚合物表面活性剂，选自均聚及共聚物，接枝聚合物及接枝共聚物，以及无规及线性嵌段共聚物。f5)阴离子表面活性剂，例如烷基硫酸盐，醚硫酸盐，醚羧酸盐，磷酸酯，磺基琥珀酰胺，石蜡烃磺酸盐，烯烃磺酸盐，肌氨酸盐，异硫代硫酸盐以及牛黄酸盐。f6)两性表面活性剂，例如甜菜碱，以及两性电解质，尤其是甘氨酸盐，丙酸盐以及咪唑啉。

特别优选的配方组分(f)是有 4 至 14 个烷氧基单元的烷氧基化脂肪醇, 支链脂肪醇以及脂肪酸; 更为优选的配方组分(f)是有 6 至 12 个烷氧基单元的烷氧基化脂肪醇, 支链脂肪醇, 尤其是含有带 12mol EO 的十三烷基醇醚以及有 6mol EO 的十三烷基醇醚的配方。

通常按常用量将配方组分加入到本发明配方中。以季铵化氨基烷基硅氧烷的重量为基准计, 优选组分(f)的添加量为 1 至 200 重量%, 优选 10 至 80 重量%, 更佳的是 10-50 重量%。

除了组分(a)至(c), 单独或组合的配方以及添加剂(f)还可以含有合适量的助剂。

本发明的典型助剂包括流平剂, 润湿剂, 光泽剂, 纤维保护剂, 防滑剂以及本技术领域的其他助剂。在 Chwala/Anger, Handbuch der Textilhilfsmittel, Verlag Chemie, Weinheim 1977 中有关于本发明助剂的总体介绍。进一步, 在整理过程中, 可以采用缓冲体系来得到最佳 pH 值。

制备本发明的配方时, 可以将季铵化氨基烷基硅氧烷化合物与组分(a), (b)和/或(c), 任选还可以添加上述组分, 较好在 20 至 90°C, 更好 25 至 70°C, 最佳是在 30 至 60°C 混合。

优选将季铵化氨基烷基硅氧烷添加到化合物(a), (b)和/或者(c)中, 尤其优选首先加入季铵化氨基烷基硅氧烷(有机硅 quats), 并通过添加化合物(a), (b)和/或(c), 以及任选的其他添加剂完成乳化配方。

本发明的配方特别适合用作织物结构体整理时的织物软化剂, 尤其是由棉花、角蛋白纤维, 优选羊毛、丝绸或者人造纤维制成的织物结构体, 或者举例来说, 本发明配方能很有效的用于整理由棉花与聚酯、聚氨基化合物、聚丙烯腈、羊毛或丝的混合物制备的织物结构体。在整理由人造纤维, 尤其是由聚酯、聚氨基化合物、聚丙烯或者它们的混合物制备的织物结构体时同样取得了极好的效果。

织物结构体优选机织物、编织物, 包括成形线圈编织物以及非织造织物。

已经发现, 本发明的配方特别有利于整理通过喷射法用阴离子增亮剂进行预处理的棉织物或含棉织物。

使用本发明的配方后, 很有可能不仅能得到优异的软化效果, 而且还能提高织物的其他性能, 例如改善溶解性及提高光泽度等。

整理过程通常通过连续过程进行(衬垫熨平或回洗过程)或者通过消耗过程(喷射过程)进行。这些整理过程中若有一个采用了本发明的配方后, 我们发现本发明在维持

下列技术参数时具有优势:

- **连续性(例如衬垫熨平, 回洗)**

1. 11%硅浓度时: SQ(=silicone quat)为 5-50g/l, 优选 10-40g/l, 尤其是 10-25g/l 配方+a)至 c)
2. 整理温度: 室温
3. 干燥温度: 在强制空气干燥箱中于 75-105°C, 或者在 150°C 的升幅机构中干燥 10-60 秒, 特别是 30-45 秒
4. 在强制空气干燥箱中的时间: 10-20 分钟

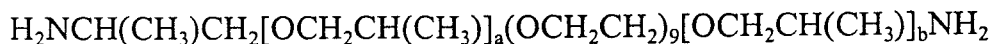
- **消耗过程(例如喷射, winchbeck)**

1. 11%硅浓度时: 1.0-5.0%, 优选 1.5-3.5%, 尤其是 1.5-2.5%
2. 整理温度: 30-60°C, 优选 35-50°C 尤其是 35-45°C
3. 加热速率: 2-4°C/min
4. 整理时间: 15-25 分钟
5. 液体比例: 1:5 至 1:50, 尤其是 1:10 至 1:30
6. 干燥温度: 在强制空气干燥箱中为 75-105°C, 或者在 150°C 的升幅机构中干燥 10-60 秒, 特别是 30-45 秒
7. 在强制空气干燥箱中的时间: 10-20 分钟

实施例

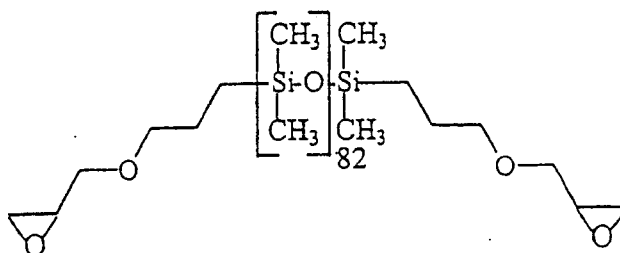
下列配方中, 采用根据 WO 02/10259 的实施例 1 合成的有机硅 quat(SQ), 具有下面的结构单元, 其制备如下:

1a) 首先, 在室温下向 1 升三口烧瓶中加入 24g 水及 4.18g(0.048mol 叔氨基)的 N,N,N',N'-四甲基-1,6-己二胺以及 3.8g(0.012mol 伯胺基)的烯化氧衍生物, 可以商品名为 Jeffamin®ED 600 获得, 其结构为

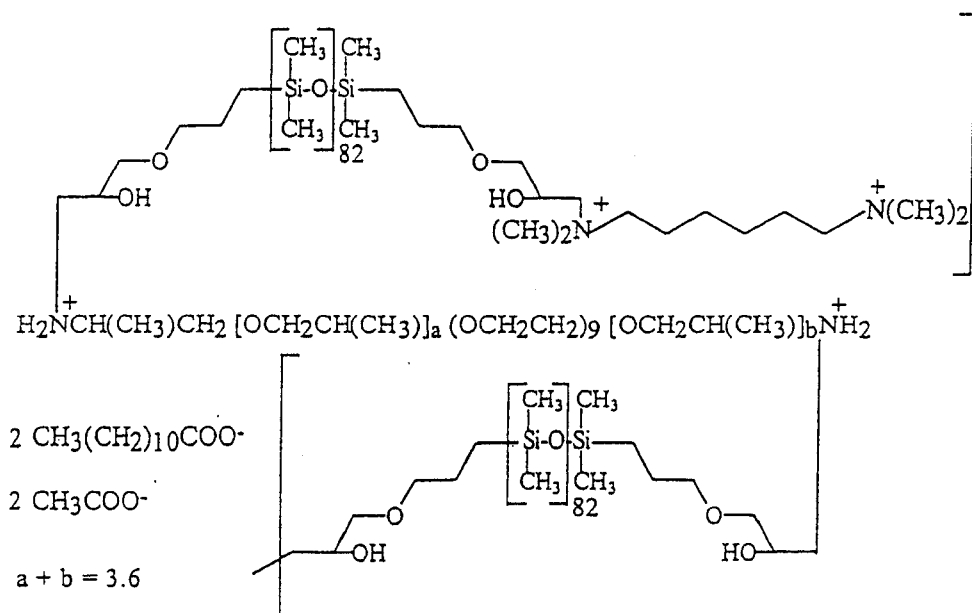


其中 $a+b=3.6$ 。

在 5 分钟内, 添加 12.0g(0.03mol 十二酸的 50%2-丙醇溶液以及 1.8g(0.03mol)醋酸。当混合物加热至 50 °C 后, 在 30 分钟内滴加具有下列平均组成的 194.1g(0.06mol 环氧基团)环氧硅氧烷及 30ml 2-丙醇。



将黄色不透明混合物加热至回流温度回流 6 小时。除去在 100℃ 及 2mmHg 减压压力下的所有挥发性组分，得到 204g 浅黄色不透明物，其具有下列结构单元：



从硅材料出发，制备了三个具有下列组成的微乳液浓缩液：

配方 1 (F1)	配方 2 (F2)	配方 3 (F3)
430g SQ	430g SQ	430g SQ
258g Renex®36	125g Renex®36	125g Renex®36
44.5g Renex®30	44.5g Renex®30	44.5g Renex®30
10g 醋酸	10g 醋酸	10g 醋酸
7.5g 醋酸钠	7.5g 醋酸钠	7.5g 醋酸钠

245g 蒸馏水	245g 蒸馏水	245g 蒸馏水
	79.5g 2-丙醇	79.5g 2-丙醇
	87.5g Crodet® S40	59g Crodet® S40

将这三种微乳液浓缩液(以 SQ 计约 40%)用水均匀稀释至 11%有机硅 quat。对于这些 11%透明微乳液,每种乳液中取出 6g(有机硅 quat 的绝对量为 0.66g),与 6000ml 水和任选添加剂混合,在下列边界条件下将混合液用于喷射整理:

喷射机类型: Mathis Labor-Jumbo-Jet

喷射泵: Level 6(最大可能剪切)

喷射机中水量: 6000ml

整理: 在 40°C 整理 15 分钟

干燥: 80°C

织物: 300g 漂白并光增亮(例如 Blankophor® BA 处理棉套衫)。

下表列出整理实验的结果。

序号	配方	添加剂	有机硅沉积物*	干燥后手感**	亲水性***	喷射机中泡沫高度(cm)
1	F1		高沉积, 粘性	Ok	Ok	12-13
2	F1	0.39g Renex®36 0.06g Renex®30	高沉积, 粘性	Ok	Ok	12-13
3	F1	0.5gAl ₂ (SO ₄) ₃ ·16H ₂ O	没有沉积 很少缺陷	Ok	Ok	5-6
4	F1	0.05gAl ₂ (SO ₄) ₃ ·16H ₂ O 3gMgCl ₂ ·6H ₂ O	没有沉积 很少缺陷	Ok	Ok	5-6
5	F2		没有沉积 无缺陷	Ok	Ok	6-7
6	F3	0.02g Crodet® S40	没有沉积 无缺陷	Ok	Ok	6-7

7	F1	0.18g Crodet® S40	没有沉积 无缺陷	Ok	Ok	6-7
---	----	-------------------	-------------	----	----	-----

*喷射机的玻璃及钢部件上的沉积物

**具有类似硅的柔软性，带有体积增加

***液滴吸收时间≤3 秒

Renex®36, ICI 表面活性剂的商品名；十三烷基醇-(EO)₁₂-OH

Renex®30, ICI 表面活性剂的商品名；十三烷基醇-(EO)₆-OH

Crodet® S40, Croda GmbH 的商标名；硬脂酸-(EO)₄₀-OH

实验 1 表明非本发明的现有技术得到的不理想的结果。将两种 Renex 表面活性剂加倍都不能防止沉积物产生(实验 2，非本发明)。

实验 3 及实验 4 表明本发明通过添加多价阳离子能有效防止沉积物产生。铝盐比镁化合物更有效。

实验 5 显示本发明在配方中直接掺入亲水性界面活性剂化合物能有效防止沉积。同时，在后续步骤中部分添加(实验 6)或者全部添加(实验 7)这种亲水性界面化合物也能达到同样效果。