[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 200580003691.X

[51] Int. Cl.
D06M 15/267 (2006.01)
D06M 15/263 (2006.01)
D06M 15/643 (2006.01)
D06M 11/79 (2006.01)
D06M 15/31 (2006.01)
B01D 19/04 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009 年 6 月 10 日

[11] 授权公告号 CN 100497805C

[22] 申请日 2005.1.27
[21] 申请号 200580003691.X
[30] 优先权
[32] 2004.1.29 [33] DE [31] 102004004722.7
[86] 国际申请 PCT/EP2005/000778 2005.1.27
[87] 国际公布 WO2005/073458 德 2005.8.11
[85] 进入国家阶段日期 2006.7.31
[73] 专利权人 巴斯福股份公司
地址 德国路德维希港
[72] 发明人 A·森弗 T·西曼克
[56] 参考文献
EP1075864A2 2001.2.14
EP0075433A2 1983.3.30
审查员 高德洪

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所
代理人 林柏楠 刘金辉

权利要求书 3 页 说明书 15 页

[54] 发明名称

处理织物的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种用(a)至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐、(b)至少一种聚硅氧烷、(c)至少一种基于二氧化硅的固体材料和(d)水处理织物的方法。

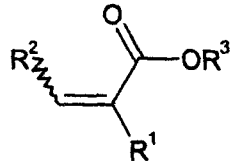
1. 一种处理织物的方法，包括用以下组分处理所述织物：

(a) 至少一种可通过下述组分共聚获得的共聚物的碱金属盐或铵盐

(a1) 1-20 重量% 的（甲基）丙烯酸，

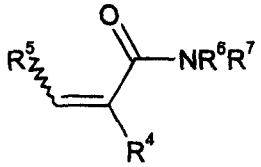
(a2) 2-20 重量%的（甲基）丙烯腈，

(a3) 30-80 重量%的至少一种通式 I 的共聚单体



I

(a4) 0-20 重量%的至少一种通式 II 的酰胺



II

其中

R^1、R^2、R^4和R^5各自选自氢、支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，

R^6 和 R^7各自选自氢、支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，或 R^6 与 R^7 结合形成 C_2-C_{10}-亚烷基，

R^3选自支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，

(b) 至少一种聚硅氧烷，

(c) 至少一种基于二氧化硅的固体材料，和

(d) 水。

2. 如权利要求 1 所述的方法，其中所述处理在(e)至少一种保护胶体的存在下进行。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其中至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐(a)具有在 30-1500 mPa·s 范围内的动态粘度。

4. 如权利要求 1-3 中任一项所述的方法，其中至少一种基于二氧化硅

的固体材料(c)是热解法硅胶。

5. 如权利要求 1-4 中任一项所述的方法，其中至少一种聚硅氧烷(b)具有在 100-2000 mPa·s 范围内的动态粘度。

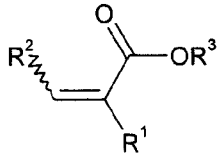
6. 一种含水制剂，其包含:

(a) 至少一种可通过下述组分共聚获得的共聚物的碱金属盐或铵盐:

(a1) 1-20 重量%的（甲基）丙烯酸，

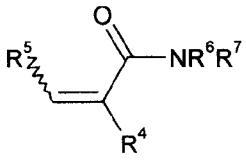
(a2) 2-20 重量%的（甲基）丙烯腈，

(a3) 30-80 重量%的至少一种通式 I 的共聚单体



I

(a4) 0-20 重量%的至少一种通式 II 的酰胺



II

其中

R^1、R^2、R^4 和 R^5 各自选自氢、支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，

R^6 和 R^7 各自选自氢、支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，或 R^6 与 R^7 结合形成 C_2-C_{10}-亚烷基，

R^3 选自支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，

(b) 至少一种聚硅氧烷，

(c) 至少一种基于二氧化硅的固体材料。

7. 如权利要求 6 所述的制剂，其进一步包含

(g)至少一种保护胶体。

8. 如权利要求 6 或 7 所述的制剂，其中至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐(a)具有在 40-800 mPa·s 范围内的动态粘度。

9. 如权利要求 6-8 中任一项所述的制剂，其中至少一种二氧化硅的固体材料(c)是热解法硅胶。

10. 如权利要求 6-9 中任一项所述的制剂，其中至少一种聚硅氧烷(b)具有在 100-200 mPa·s 范围内的动态粘度。

11. 如权利要求 6-10 中任一项所述的制剂用于处理织物的用途。

12. 一种利用如权利要求 6-10 中任一项所述的制剂处理织物的方法。

处理织物的方法

本发明涉及一种处理织物的方法，包括用以下组分处理所述织物：

(a) 至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐，

(b) 至少一种聚硅氧烷，

(c) 至少一种基于二氧化硅的固体材料，和

(d) 水。

本发明进一步涉及一种适合实施本发明方法的制剂以及可通过本发明方法获得的处理过的织物。

纺织材料，特别是细纱，在加工之前用大分子化合物的溶液、分散液或熔体处理。施加到纤维上的大分子化合物可在加工后洗掉。进行这种处理的目的在于在编织前达到较高的光滑度、柔顺度、强度和一致性，这被称为纱线上浆。上浆剂，又称为浆料，一般在编织后使用称为脱浆的操作方法再洗除到基本不存在的程度。

通常使用的上浆剂一般选自天然大分子化合物如淀粉、改性天然大分子化合物如改性淀粉和羧甲基纤维素，以及合成大分子化合物如聚乙烯醇、聚酯和聚（甲基）丙烯酸酯；参见，例如 Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 第 36 卷, 第 6 版, 第 18-26 页, Wiley-VCH Weinheim, 2003。但是，许多淀粉制剂具有较差的操作性能。

因此在处理方法中需要这样的浆料(以及织物的其它应用)：藉此用大分子化合物处理织物以使处理过的织物具有非常好的机械性能。另外，施加的大分子化合物应该能够容易地用含水液体除去。

在施加过程中观察到许多现有技术的处理剂、特别是上浆剂存在剧烈发泡的倾向。这导致不均匀的施用，这在上浆剂的情况下具有下述影响：所期望的对已处理织物机械性能的改进没有达到充分的程度。通过添加消

泡剂例如基于硅氧烷的消泡剂抑制发泡的尝试被证实不是很成功。事实上，在许多情况下观察到泡沫减少，但是在处理过的织物上留下油斑。并且它们逐渐沉积在辊上并导致结块。所观察到的油斑残迹也不能在洗涤过程中全部清除。特别是在基于硅氧烷的消泡剂与基于聚（甲基）丙烯酸酯的合成大分子化合物组合的情况下，进一步观察到该混合物的储存稳定性不足。

本发明因此提供本文开始所定义的方法。

适合本发明目的的织物指线形结构体，如纺织纤维，包括常产纤维、合股线、长丝、粗纱、细纱、线、绳、绳索（cordage）、纱线。纺织原料可以是天然来源的，例如真丝、羊毛、亚麻、苎麻、大麻或椰子壳纤维或尤其是棉花；或合成来源的，实例为再生的纤维素如铜氨丝，粘胶丝或纤维素醋酸酯如醋酸酯和三醋酸酯，还有聚酰胺、聚丙烯腈、聚丙烯和聚酯。共混物也是适用的，例如棉-聚酯共混物。适合本发明目的的织物可作为常产纤维以细丝形式或作为常产纤维纱存在。

通过本发明方法处理的织物可以是任何颜色，并且可以具有一种或多种颜色。通过本发明方法处理的织物优选是无色的。

在本发明的优选实施方式中，织物指

- 由纤维素纤维、聚酯-纤维素共混物、羊毛、聚酯-羊毛共混物、粘胶丝或醋酸丝组成的经纱，或

- 由平纹或取向聚酯丝组成的经纱。

在本发明中，织物用以下组分处理：

(a) 至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐，

(b) 至少一种聚硅氧烷，

(c) 至少一种基于二氧化硅的固体材料，和

(d) 水。

在本发明的一种实施方式中，本发明的处理在(e)至少一种保护胶体的存在下进行。

下文中，(a)、(b)、(c)、(d) 和 (e) 将称作组分 (a)、组分(b)等。

碱金属盐是锂、钠、钾、铷或铯的盐，特别是钾盐和钠盐。铵盐为例

如 NH_4^+ 盐，还有$(NR^8R^9R^{10}R^{11})^+$ 盐，其中 R^8-R^{11} 可以相同或不同并且各自选自：氢、C_1-C_{10}-烷基、C_6-C_{14}-芳基、C_3-C_{12}-环烷基、苄基或羟基-C_2-C_{10}-亚烷基，特别是-CH_2CH_2-OH，前提条件是 R^8 -R^{11} 中的至少一个不是氢。

共聚物的碱金属盐和铵盐意味着共聚物的下述盐：在相应共聚物的每个分子中，平均至少一个且优选至少两个酸性基团分别被碱金属和铵中和。在本发明的特殊实施方式中，(a) 是被碱金属或铵完全中和的共聚物。

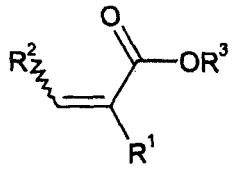
优选用作本发明组分(a)的共聚物碱金属盐或铵盐是含羧基的共聚物的碱金属盐或铵盐，但是还可以使用含例如醇羟基或磺酸酯基的共聚物的碱金属盐或铵盐。优选使用可通过（甲基）丙烯酸与不饱和羧酸酯共聚获得的共聚物。

(a)更优选是至少一种可通过下述组分共聚获得的共聚物的碱金属盐或铵盐：

(a1) 1-20 重量%、优选 5-15 重量% 的（甲基）丙烯酸，

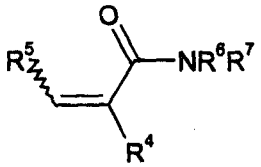
(a2) 2-20 重量%、优选 10-20 重量%的（甲基）丙烯腈和

(a3) 30-80 重量%、优选 40-60 重量%的至少一种通式 I 的共聚单体



I

(a4) 0-20 重量% 、优选最高 10 重量%的至少一种通式 II 的共聚单体



II

其中

R^1、R^2、R^4和 R^5 是相同或不同的，且各自选自：

- 氢，

- 支化或未支化的 C_1-C_{10}-烷基，例如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、仲戊基、新戊基 1,2-二甲基丙基、异戊基、正己基、异己基、仲己基、正庚基、正辛基 2-乙基己基、正壬基、正癸基；更优选 C_1-C_4 烷基，例如甲基、乙基正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基和叔丁基，并且最优选甲基。

R^6 和 R^7 是相同或不同的，且各自选自：

- 氢，
- 支化或未支化的 C_1-C_{10}-烷基，例如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、仲戊基、新戊基、1,2-二甲基丙基、异戊基、正己基、异己基、仲己基、正庚基、正辛基、2-乙基己基、正壬基、正癸基；更优选 C_1-C_4 烷基，例如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基和叔丁基，
- 或 R^6 与 R^7 结合形成取代或未取代的 C_2-C_{10}-亚烷基，特别是 C_4-C_6-亚烷基，尤其–$(CH_2)_4$-、–$(CH_2)_5$- 或–$(CH_2)_6$-。

R^3 选自支化或未支化的 C_1-C_{10}-烷基，例如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、仲戊基、新戊基、1,2-二甲基丙基、异戊基、正己基、异己基、仲己基、正庚基、正辛基、2-乙基己基、正壬基、正癸基；更优选 C_1-C_4 烷基，例如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基和叔丁基。

优选地，R^2 和 R^5 都是氢。

在本发明的一种实施方式中， R^1 和 R^4 各自选自氢和甲基。

在本发明的一种优选实施方式中，R^1和R^4各自选自氢和甲基，且R^2 和 R^5都是氢。

在本发明的一种实施方式中，选择至少两种不同的共聚单体 (a3)。

在本发明的一种优选实施方式中， (a3) 选自丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸乙酯、丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸正丁酯和它们的混合物。

所述重量%的值均基于以碱金属盐或铵盐形式作为本发明组分(a)的共聚物中的一种或多种共聚单体的质量计。

以碱金属盐或铵盐形式作为本发明组分(a)的共聚物可以是嵌段共聚物、交替共聚物或优选无规共聚物的形式。

作为本发明组分(a)的共聚物或更确切地说它们的碱金属盐或铵盐通过众所周知的方法、特别是自由基共聚方法间歇或连续地制备，例如本体聚合、乳液聚合、沉淀聚合和溶液聚合，例如在作为溶剂的水中。

在本发明的一种实施方式中，至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐 (a) 具有在 30-1500 mPa·s 范围内的动态粘度，优选最高 800 mPa·s，更优选 40-300 mPa·s，粘度测量依照 DIN EN ISO 3219 在 23°C 下以 25 重量% 的水溶液测量。

本发明提供至少一种在本发明方法中用作组分(b)的聚硅氧烷。根据本发明使用的聚硅氧烷可以是线性、支化或环状的聚硅氧烷或它们的混合物。根据本发明使用的聚硅氧烷具有 O-Si-O 链。硅原子上的自由价可被例如 OH、C_1-C_{10}-烷基或苯基饱和，其中优选苯基，尤其优选甲基。用作本发明组分(b)的聚硅氧烷是公知的。

在本发明的一种实施方式中，至少一种聚硅氧烷 (b)具有的动态粘度依照 DIN EN ISO 3219 在 23°C 下测量为 100-2000 mPa·s，优选最高 500 且更优选最高 200 mPa·s。

可用作本发明组分(c)的基于二氧化硅的固体材料可以是例如硅胶。根据本发明使用的硅胶可包含部分其它元素，例如铝或钠或钙或它们的混合物。

固体材料指在室温下为固体的材料。

基于二氧化硅的固体材料 (c)在本发明中以颗粒形式存在，其在形状上可以是规则的，或优选球形。通过例如显微镜方法或通过 Coulter Counter 测定的颗粒的数均直径可以在 0.1 nm-1 μm 范围内。

本发明的一种实施方式中使用数均直径在 0.1 nm-100 μm 范围内、优选在 5 nm-50 μm 范围内的基于二氧化硅的固体材料 (c)。

基于二氧化硅的固体材料(c)是公知的且可以通过本领域熟练技术人员公知的方法生产，例如通过酸化硅酸钠水溶液而沉淀。

在本发明的一种实施方式中，基于二氧化硅的固体材料具有的BET内表面积依照 DIN 66 131 通过氮吸附测定在 50-5000 m^2/g 范围内，优选在250-3000 m^2/g 范围内，并且更优选在350-1000 m^2/g 范围内。

本发明的一种优选实施方式使用以所谓的初级颗粒聚集体形式存在的基于二氧化硅的固体材料(c)。以这种形式使用的基于二氧化硅的固体材料(c)具有的初级颗粒数均粒径为0.1-100 nm，优选为5-50 nm。聚集体的数均直径可以为 60 nm-100 μm，优选为 100 nm-50 μm。初级颗粒聚集体在形状上基本为球形并且可以由4个到超过一千个初级颗粒组成。

本发明的一种实施方式使用至少一种热解法硅胶（这里又称为热解法二氧化硅）作为基于二氧化硅的固体材料(c)。热解法硅胶可从商业获得，例如以商标“Aerosil”由Degussa获得。特别优选的是使用以初级颗粒聚集体形式存在且具有 50-5000 m^2/g、优选 250-3000 m^2/g 、更优选350-2000 m^2/g 平均表面积的热解法硅胶。

本发明方法可以使用水(d)进行，所述水可以但不是必须是去离子（除去矿物质）的。优选使用去离子水或具有最高 2° 德国硬度（German hardness）的水。去离子(除去矿物质或完全无离子)的水可通过本领域熟练技术人员公知的方法，例如反渗透或通过使用离子交换树脂获得。

本发明的特殊实施方式包括依照本发明在至少一种保护胶体(e)存在下实施的措施。表面活性化合物适合作为保护胶体(e)，而且它们可以是阴离子、阳离子、两性离子或非离子性的。

特别优选的保护胶体(e)是（甲基）丙烯酸的聚合物，和丙烯酸与甲基丙烯酸的共聚物，各自均可以被碱金属或铵完全或部分中和，其中术语碱金属和铵如上定义。

本发明的一种实施方式使用（甲基）丙烯酸的聚合物或共聚物，其作为 28.5 重量%水溶液具有的动态粘度依照 DIN EN ISO 3219 测量为2500-5000 mPa·s。

在至少一种（甲基）丙烯酸聚合物或共聚物存在下具有优先效用的有益非离子保护胶体(e)包括低泡沫的非离子表面活性剂，优选烷氧基化的C_{12}–C_{15} 羰基合成醇，这些醇已经用 1-3 当量氧化烯、优选用氧化乙烯或氧化丙烯烷氧基化。

本发明方法优选按照约 2-15 重量％的液体/织物之比实施。当本发明方法作为织物上浆方法实施时，优选使用 2%-15%的浆料加重率。这里使用的浆料加重率指浆料与经纱的比例。

本发明方法的一种实施方式按照下述量使用所述组分:

1-30 重量％、优选 10-25 重量％的(a), 基于一种或多种含水液体的总量，

0.001-5 重量％、优选 0.01-4 重量％的(b)，

0.0001-5 重量％、优选 0.001-4 重量％的 (c)，

0-3 重量％、优选 0.0001-2 重量％的 (e)，

其中(b)、(c) 和(e)的重量％各自基于(a)。

本发明方法的一种实施方式包括用包含下述组分的含水液体处理织物:

(a) 至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐，

(b) 至少一种聚硅氧烷，

(c) 至少一种基于二氧化硅的固体材料，

和如果合适的话

(e) 至少一种保护胶体。

本发明的一种实施方式包括在 10-35°C 、优选 20-30°C 下实施本发明方法。

本发明的一种实施方式包括通过跨越一个或多个辊且穿过多个或优选一个包含(a)、(b)、(c) 和如果合适的话(e)的含水液体的容器牵引织物（特别是以线性结构体形式）来实施本发明方法。多余的水分可随后挤出。已经依照本发明处理过的织物可随后干燥，例如通过牵引经过干燥设备进行。适用的干燥设备包括例如筒式干燥器。干燥在例如 90-130°C 温度下进行。

为了用多种含水液体依照本发明处理织物，一种选择是将(a)、 (b)、

(c) 和如果合适的(d)分布于不同的含水液体中。

一种特别优选的实施方式包括依照本发明通过将(a)、(b)、(c) 和如果合适的(e)加入每个或更优选所述含水液体中来处理织物。

用 (a)、(b)、(c)、(d)和如果合适的(e)处理织物的时间一般较短，并且取决于要处理的织物被牵引通过一个或多个包含一种或多种含有(a)、(b)、(c)、水和如果合适的(e) 的溶液的容器的速率。典型的机械速率在 5-300 m/min 范围内。机械牵引单纱通过一个或多个包含一种或多种含有(a)、(b)、(c)、水和如果合适的(e) 的溶液的容器的操作可以最高 500 m/min 的机械速率进行。

用于实施本发明方法的含水液体可通过将期望的组分与水混合制备。

除上述本发明措施之外，织物可另外用蜡处理，例如聚烯烃蜡，例如聚乙烯蜡或聚丙烯蜡，以及乙烯和丙烯的共聚物蜡，氧化聚烯烃蜡，特别是聚氧化乙烯蜡。特别优选的是用每分子包含重均 20-250 个氧化乙烯单元的聚氧化乙烯蜡处理。

除上述本发明措施之外，织物可进一步用磺化牛脂或磺化油处理。

本发明进一步提供包含下述组分的含水制剂:

(a) 至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐,

(b) 至少一种聚硅氧烷,

(c) 至少一种基于二氧化硅的固体材料,

其中所述组分 (a)、(b) 和 (c) 各自如上定义。

本发明还提供进一步包含(e)至少一种保护胶体的上述含水制剂，其中组分(e)如上定义。

本发明的含水制剂特别适合实施本文开始定义的本发明方法。

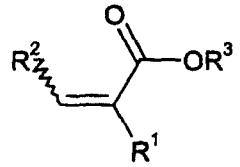
在本发明的一种实施方式中，(a) 是含羧基的共聚物的碱金属盐或铵盐。

在本发明的一种实施方式中，(a) 是至少一种可通过下述组分共聚获得的共聚物的碱金属盐或铵盐 :

(a1) 1-20 重量 % 的 (甲基) 丙烯酸,

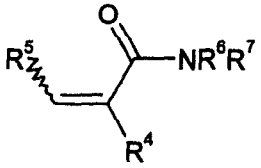
(a2) 2-20 重量%的（甲基）丙烯腈，

(a3) 30-80 重量%的至少一种通式 I 的共聚单体，



I

(a4) 0-20 重量%的至少一种通式 II 的酰胺



II

其中

R^1、R^2、R^4和 R^5 各自选自氢、支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，

R^6和 R^7 各自选自氢、支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基，或 R^6与 R^7 结合形成 C_2-C_{10}-亚烷基，

R^3 选自支化的 C_1-C_{10}-烷基和未支化的 C_1-C_{10}-烷基。

在本发明的一种实施方式中，至少一种共聚物的碱金属盐或铵盐 (a) 具有的动态粘度在 30-1500 mPa·s 范围内，优选最高 800mPa·s，更优选 40-300 mPa·s，所述动态粘度依照 DIN EN ISO 3219 在 23°C 下以 25 重量%水溶液测量。

在本发明的一种实施方式中，至少一种基于二氧化硅的固体材料 (c) 是热解法硅胶。

在本发明的一种实施方式中，至少一种聚硅氧烷 (b) 具有的动态粘度在 100-2000 mPa·s 范围内，优选最高 500mPa·s，更优选最高 200 mPa·s，所述动态粘度依照 DIN EN ISO 3219 在 23°C 下以 25 重量%水溶液测量。

在本发明的一种实施方式中，本发明的含水制剂包含：

2%-80 重量%、优选 2.5%-50%且更优选最高 25 重量%的(a)，基于本发明含水制剂的总重量计；

0.001%-5 重量%且优选 0.01%-4 重量%的(b);

0.0001%-5 重量%且优选 0.001%-4 重量%的(c);

0%-3 重量%且优选 0.0001%-2 重量%(e);

其中(b)、(c) 和 (e)的重量%均基于 (a)。

上述本发明的处理方法可通过例如用水稀释本发明的含水制剂并且然后作为水溶液使用的方式实施。

本发明的含水制剂可通过例如将组分 (a)、(b)和(c)与水和如果合适的(e)混合制备。对组分(a)-(c)和如果合适的(e)的添加顺序没有限制。

本发明的含水制剂以其良好的储存稳定性令人关注。

本发明进一步提供本发明含水制剂用于处理织物的用途。本发明进一步提供利用本发明含水制剂处理织物的方法。

本发明进一步提供一种可通过本发明方法获得的织物。可通过本发明方法获得的织物具有优异的深加工性能并且包含极少的油斑。

本发明进一步提供利用本发明织物编织纺织品的方法和纺纱的方法，以下将二者简称为本发明织物的处理方法。本发明织物的处理方法的操作尤其稳健。

下列实施例用于说明本发明。

一般说明:

以 g/l 给出的量均是基于液体的 g/l 。

粘度测量均依照 DIN EN ISO 3219 在 23°C 下使用 Brookfield 转子 2 以 100 转/分钟的速率进行。

1. 制备共聚物的碱金属盐和铵盐水溶液

1.1. 制备共聚物 A1 钠盐的水溶液

原料 1:

在搅拌容器内将下述组分混合在一起: :

2.88 公吨的完全无离子水

256 kg 的 15 重量%苯磺酸钠水溶液

183 kg 的正 $C_{18}H_{37}$-(O-CH_2-CH_2)$_{18}$-OH

439 kg 的新蒸馏的甲基丙烯酸

1,83 公吨的丙烯酸正丁酯

1.025 公吨的丙烯酸甲酯

14.6 kg 的 25 重量 % 氢氧化钠水溶液。

原料 2:

在搅拌容器内将下述组分混合在一起:

428L 的完全无离子水和

11 kg 的 $Na_2S_2O_8$ (过氧二硫酸钠)

原料 3: 365 kg 的新蒸馏的丙烯腈。

在另一个搅拌容器内将 4.18 公吨的完全无离子水和 316 kg 的 25 重量 % 氢氧化钠水溶液混合在一起并且加热到 65°C (原料 4)。

使用桶 (桶 1)将下述组分混合在一起: 195L 的完全无离子水、14.3 kg 丙酮和 23.6 kg $Na_2S_2O_5$ (硫代硫酸钠)。用另一个桶 (桶 2) 将 105L 的完全无离子水和 23 kg 叔丁基氢过氧化物混合在一起。

在一个装配有加热器、冷凝器、搅拌器和 3 个进料口的 20 m^3 搅拌釜中装入 2.4 公吨的完全无离子水和 12.2 kg 15 重量 % 苯磺酸钠水溶液作为初次进料，并且在氮气氛下除去该初次进料中的挥发成分并混合在一起。然后将由此获得的混合物加热到 80°C。

将由此获得的热混合物与 166 kg 原料 1、110 kg 原料 2 和 9 kg 原料 3 混合。开始聚合反应。之后，在 3 个小时的时间内同时加入原料 1、原料 2 和原料 3 的剩余物。添加完成后，在 80°C 下搅拌混合物 1 小时。然后，在 2 个小时的时间内加入原料 4 并且在添加完成后在 80°C 下再搅拌混合物 2 小时。

接着加入桶 1 和桶 2 的内容物并通过关闭加热将混合物冷却到 34°C 。

这样产生了作为钠盐的共聚物 A1 的水溶液。其固含量为 25%。按照 DIN EN ISO 3219 测定的动态粘度为 100 mPa·s。

1.2. 制备共聚物 A2 的混合钠-铵盐水溶液

依照 1.1 所描述的步骤，但是改变原料 1、3 和 4 的制备。

原料 1 按照下述制备：在搅拌容器内将下述组分混合在一起：

2.88 公吨的完全无离子水

256 kg 的 15 重量％苯磺酸钠水溶液

183 kg 正 $C_{18}H_{37}$-(O-CH_2-CH_2)$_{18}$-OH

209 kg 新蒸馏的甲基丙烯酸

644 kg 丙烯酸乙酯

2075 kg 丙烯酸甲酯

14.6 kg 的 25 重量％氢氧化钠水溶液.

原料 3: 622 kg 新蒸馏的丙烯腈。

原料 4: 将 4.18 公吨的完全无离子水与 316 kg 的 25 重量％ 氨水溶液混合在一起并且加热到 65°C。

这样产生了作为混合钠-铵盐的共聚物 A2 水溶液。其固含量为 25%。按照 DIN EN ISO 3219 测定的动态粘度为 110 mPa·s。

1.3. 制备共聚物 A1 的钠盐水溶液

依照 1.2 所述步骤，但是原料 4 按照下述制备：

混合 4.18 公吨的完全无离子水与 316 kg 的 25 重量％氢氧化钠水溶液并加热到 65°C。

这样产生了作为钠盐的共聚物 A3 水溶液。其固含量为 25%。按照 DIN EN ISO 3219 测定的动态粘度为 80 mPa·s。

2. 制备本发明的含水制剂

准备:

在搅拌釜内将下述组分混合在一起:

32 kg 动态粘度为 100 mPa·s 的聚二甲基硅氧烷

3 kg 热解法硅胶，依照 DIN 66 131 测定的 BET 表面积为 800 m^2/g，通过 Coulter Counter 测定的数均颗粒直径为 50 μm。

20 kg 聚丙烯酸，部分中和， pH 7.0，28.5°C 下 28.5 重量 % 水溶液的动态粘度为 3000 mPa·s

3 kg 正 $C_{11}H_{23}$-O(CH_2CH_2O)$_3$-H

80L 的完全无离子水.

预混合料 1 作为储存稳定的乳液获得。

2.1. 制备本发明的水性制剂 F 2.1-F 2.3

使用搅拌容器将预混料 1 和如表 1 所示的作为钠盐的共聚物 A1 水溶液或作为混合钠-铵盐的共聚物 A2 或作为钠盐的共聚物 A3 混合在一起。

表 1: 制备本发明制剂

制剂编号	A1 [kg]	A2 [kg]	A3 [kg]	预混料 1 [g]
F 2.1	1	-	-	2
F 2.2	-	1	-	2
F 2.3	-	-	1	3

本发明制剂 F 2.1-F2.3 在室温以及 50°C 下储存非常稳定；本发明制剂在室温或 50℃储存一个月后，没有一个出现视觉上可辨别的变化。

2.2. 测定本发明制剂和共聚物的发泡

发泡测定依照 DIN 53 902 进行。

将每种试验液体(50 g/l 共聚物水溶液或 50 g/l 本发明制剂)加热到 80°C。

在刻度为 10 ml 的 1500 ml 量筒内装入 250 ml 80°C 热液体(50 g/l 共聚物水溶液或 50 g/l 本发明制剂) 。为了产生泡沫，装配有孔板(直径: 60 mm, 共钻有 24 个直径 3 mm 的孔)的打浆活塞在 20 秒内以恒定的击打速率上下击打 20 次，每次穿孔板都被拉到泡沫的上部边缘。发泡完成后，立即测定液体与泡沫的总体积，并在预定的静置时间后通过整体体积与液体体积（即无泡沫）的体积差别测定泡沫体积。结果示于表 2。

表 2: 发泡试验

液体包含	[泡沫体积 ml] 发泡完成时刻	[泡沫体积 ml] 1 分钟后	[泡沫体积 ml] 5 分钟后
A1	650	480	250
F 2.1	28	0	0
F 2.1*	28	0	0
A2	600	450	280
F 2.2	25	5	0
F 2.2*	28	8	0
A3	750	510	310
F 2.3	30	5	0
F 2.3*	29	5	0

标有*的本发明制剂涉及在室温储存 30 天后的特定的本发明制剂。

3. 织物的处理

3.1. 制备用于处理织物的水溶液和对比液

依照上述配方所述制备 64 kg 本发明水性制剂 F 2.2 并用 136L 完全无离子水稀释，获得 200L 本发明含水液体 Fl-1。动态粘度：300 mPa·s。

对比液按照下述步骤制备：将 64 kg 作为混合钠-铵盐的共聚物 A2 水溶液与 128 g 聚二甲基硅氧烷消泡剂一起混合并用 136L 完全无离子水稀释，获得 200L 的含水对比液体 Fl-V2。动态粘度：30 mPa·s。

3.2. 织物处理的试验参数

单束（A singles ）78 分特 34 支（filament ）聚酯经纱在来自 Benninger 公司的装配有热空气筒式干燥器的 BenSizeSingle 上浆机中进行处理。上浆机的设置如下：

经纱数：10 980，坯布（loomstate）/筘幅（reed width）：168 cm，经纱/cm：76.3

浓度/折射率：16°Brix

液体温度：25°C

处理：浸 1 次，挤压 1 次。

平均挤压压力：18 kN

湿法分离：3 次，无干燥分离

机械速率：300 m/min

干燥条件：150°C 空气干燥 2 次， 5 个各在 145°C 的辊

后上蜡：在 85°C 下使用聚氧化乙烯蜡，其包含（重均）约 110 个氧化乙烯单元/分子

干燥后的残余水分含量： 0.4 重量%

退绕/输入张力：40 cN

卷绕压力：18 cN/经，接触压力：200 N，无伸长

液体消耗量，138L/100kg 聚酯纱，纱重： 5 重量%

处理过的纱线然后各自卷绕作为经纱 (每 12 000 m 各 10 个经轴)

3.3. 本发明织物处理与对比试验的试验结果

织物处理在 3.2 所述的条件下进行，其中一次用含水液体 FL-1 (本发明)，一次用对比含水液体 Fl-V2。

发现对比试验在处理 1000m 聚酯经纱后出现微小泡沫。在处理 2000 m 聚酯经纱后，出现泡沫积聚。即使在添加 0.3 g/l 聚二甲基硅氧烷消泡剂（参见上述）后，泡沫仍然保留。在处理 5000 m 聚酯经纱后，发现上浆机中的辊受到严重污染，必须关闭上浆机并清理辊。

在清理辊后，继续运行，但是在处理 10 000 m 聚酯经纱后必须再次关闭以清理辊。

本发明处理 1000 m 聚酯经纱后出现最小程度的发泡，但是之后没有出现泡沫积聚。因此没有必要添加消泡剂。本发明的处理可以毫无问题地连续进行。在本发明处理 10 000 m 聚酯经纱后，发现辊没有受到污染。

依照本发明生产的织造聚酯织物在坯布状态没有显示任何缺陷，并且织物外观没有缺陷。通过对比方法获得的坯布具有条纹状外观。