

Erteilt auf Grund der Verordnung vom 12. Mai 1943  
(RGBl. II S. 150)

DEUTSCHES REICH

AUSGEGEBEN AM  
11. NOVEMBER 1944



REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

№ 748 836

KLASSE 29 b GRUPPE 5 01

I 69809 IV c/29 b

946

\* Dr. Hans Haussmann in Mannheim,  
Dr. Fritz Fühäusser † und Dr. Jens Sattler in Ludwigshafen, Rhein, \*

sind als Erfinder genannt worden

I. G. Farbenindustrie AG. in Frankfurt, Main

Schmälzmittel für Wolle

Patentiert im Deutschen Reich vom 8. Juni 1941 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 20. April 1944

Die Verwendung von Mineralölemulsionen zum Schmälen von Wolle bietet keine Schwierigkeiten, wenn größere Mengen von Fetten oder Fettsäuren mitverwendet werden. Bei der zur Einsparung von Fettstoffen vorgeschlagenen Verwendung anderer anion-wirksamer Emulgatoren bietet zwar die Herstellung der Schmälzmittel keinerlei Schwierigkeiten, jedoch läßt sich die Schmäle so schlecht auswaschen, daß durch den erforderlichen Mehraufwand an Waschmitteln zur Entfernung der Schmäle die bei ihrer Herstellung erzielten Einsparungen mehr als aufgehoben werden.

Es wurde nun gefunden, daß man als Schmälzmittel mit großem Vorteil Mineralölemulsionen verwenden kann, die zur Erhöhung der Auswaschbarkeit der Schmälen Salze aus kapillarwirksamen Verbindungen mit sauren, wasserlöslichmachenden Gruppen und mehrwertigen basischen Verbindungen oder einwertigen Aminen mit einem aliphatischen Koh-

lenwasserstoffrest mit mindestens 4, vorzugsweise mindestens 6 Kohlenstoffatomen oder beiden Arten von basischen Verbindungen enthalten.

Derartige Schmälen lassen sich beim Waschen in schwach sodaalkalischem Bade, gegebenenfalls unter Zusatz geringer Mengen synthetischer Waschmittel, sehr leicht von der Faser entfernen, während Schmälen, die nur Salze von kapillarwirksamen Verbindungen mit sauren, wasserlöslichmachenden Gruppen mit einwertigen anorganischen Basen oder einwertigen Aminen mit Kohlenwasserstoffresten mit weniger als 4 Kohlenstoffatomen enthalten, sehr viel schlechter auswaschbar sind. Wenn die zu verwendenden Salze zu wenig wasserlöslich sind, um beständige Emulsionen zu liefern, ist es zweckmäßig, noch Salze der kapillarwirksamen Verbindungen mit einwertigen anorganischen Basen oder mit Aminen, deren Kohlenwasserstoffreste nicht mehr als 3 Kohlenstoffatome im Molekül enthalten, oder

andere Emulgatoren mitzuverwenden, die zur Hauptsache in der wäßrigen Phase gelöst bleiben und das Öl in genügend feiner Verteilung zu halten vermögen.

5 Die zum Schmelzen zu verwendenden Emulsionen können in den meisten Fällen durch einfaches Verdünnen der durch die genannten Emulgiermittel oder ihre konzentrierten wäßrigen Lösungen wasserlöslich gemachten Öle  
10 erhalten werden. Zur Herstellung wasserlöslicher Öle ist es oft vorteilhaft, noch Lösungsvermittler, wie Cyclohexanol, Xylenylglykol, höhermolekulare Alkohole, aromatische oder hydroaromatische Kohlenwasserstoffe, wie  
15 Tetrahydronaphthalin oder Pineöl, oder kleine Mengen Wasser oder mehrere dieser Stoffe gleichzeitig zu verwenden.

Als Mineralöle kommen schwer flüchtige natürliche oder synthetische Öle in Frage, wie  
20 Gasöle, Spindelöle, leichte Schmieröle, Öle aus der Kohlehydrierung oder Kohlenoxydhydrierung oder ähnliche Kohlenwasserstoffe von höherem Siedebereich und ausreichender Dickflüssigkeit.

25 Als kapillarwirksame Verbindungen mit sauren, wasserlöslichmachenden Gruppen kommen beispielsweise solche in Betracht, die an einem höhermolekularen aliphatischen, aliphatisch-aromatischen, hydroaromatischen oder  
30 cycloaliphatischen, einfachen oder substituierten Kohlenwasserstoffrest, gegebenenfalls über Heteroatome oder Atomgruppen, Carbonsäurereste, Sulfonsäurereste oder saure Schwefelsäurereste enthalten. Beispielsweise seien  
35 genannt Paraffinoydationscarbonsäuren, Sulfonierungserzeugnisse höhermolekularer Olefine aus Crack- oder Syntheseeölen, höhermolekularer Alkohole, die z. B. aus Naturstoffen oder aus höhermolekularen Olefinen oder durch  
40 Oxydation höhermolekularer aliphatischer Kohlenwasserstoffe in bekannter Weise erhältlich sind, Verseifungserzeugnisse von Sulfohalogeniden gesättigter aliphatischer Kohlenwasserstoffe, Sulfonierungserzeugnisse von  
45 höhermolekularen aliphatisch-aromatischen Verbindungen, die durch Kondensation zwischen aliphatischen Verbindungen und aromatischen Verbindungen nach an sich bekannter Arbeitsweise erhältlich sind, Sulfonierungserzeugnisse von Oxalkyläthern alkylierter  
50 Phenole oder Naphthole, Sulfonierungserzeugnisse von cycloaliphatischen oder hydroaromatischen Verbindungen, z. B. hydrierten alkylierten Phenolen oder Naphtholen, hydrierter Harzsäure, von Naphthenen und ähnlichen Verbindungen. Diese Stoffe können  
55 auch in ihren rohen technischen Formen verwendet werden, da zur Herstellung von Schmelzen Kohlenwasserstoffanteile oder andere unlösliche Verunreinigungen nicht entfernt zu werden brauchen.

Als mehrwertige basische Verbindungen kommen sowohl organische wie anorganische Verbindungen in Frage, wie Äthylendiamin, Hexamethyldiamin, Verbindungen der Erd-  
65 alkali- oder Erdmetalle, wie Magnesiumoxyd, Calciumhydroxyd, Aluminiumhydroxyd, oder farblose Schwermetallverbindungen, wie Zinkhydroxyd. An sich sind für die Zwecke der vorliegenden Erfindung auch farbige Metall-  
70 salze verwendbar, z. B. von Kupfer, Nickel oder Eisen, jedoch ist die Verwendung farbloser Salze im allgemeinen vorzuziehen.

Besonders vorteilhaft ist es oft, für die Salz-  
75 bildung einwertige primäre, sekundäre oder tertiäre Amine mit mindestens einem Kohlenwasserstoffrest mit mehr als 3, vorzugsweise mindestens 6 Kohlenstoffatomen zu verwenden, z. B. Butylamin, Hexylamin, Isooctylamin, Cyclohexylamin, Dicyclohexylamin, Oleylamin,  
80 Amine aus Paraffinoydationsvorläuffettsäuren. Auch ringförmige, nicht aromatische aliphatische Amine können verwendet werden, soweit sie sich nicht wie aromatische Amine verhalten. Pyridin und Chinolin sind z. B.  
85 nicht verwendbar; andere heterocyclische Verbindungen, wie Pyrrolidin, Piperidin oder hydrierte Chinoline, alkylierte Pyrrolidine, Alkylpiperidine und ähnliche Verbindungen sind jedoch geeignet.

90 Mitunter kann es von Vorteil sein, Salzgemische zu verwenden, bei denen die Sulfonsäuregruppe bzw. der Schwefelsäurerest zum Teil an mehrwertige anorganische basische Verbindungen und zum anderen Teil an  
95 die oben aufgeführten organischen Basen gebunden ist.

Wie erwähnt, ist es oft zweckmäßig, neben den genannten Salzen noch Salze kapillarwirksamer Sulfonsäuren oder saurer Schwefel-  
100 säurerester von höherer Wasserlöslichkeit und geringerer Öllöslichkeit mitzuverwenden. Hierfür eignen sich besonders die Ammonium- oder Alkalisalze sowie die Salze einwertiger  
105 organischer Amine oder Ammoniumverbindungen, deren Kohlenwasserstoffreste höchstens 3 Kohlenstoffatome enthalten, z. B. Methylamin, Dimethylamin, Trimethylamin, Tetramethylammoniumhydroxyd oder Alkylolamine, wie Mono-, Di- oder Triäthanolamin.  
110 Auch andere Dispergiermittel, wie Polyoxalkyläther höhermolekularer Alkohole oder Carbonsäuren oder alkylierte Phenole oder Naphthole können mitunter mit Vorteil zugesetzt werden.

#### Beispiel 1

Ein Schmelzmittel für Wolle besteht z. B. aus einem Gemisch von 15% des Cyclohexylaminsalzes einer Sulfonsäure, die durch  
120 vollständige Sulfonierung eines aus der Hydrierung der Oxyde des Kohlenstoffs stam-

menden Kohlenwasserstoffgemisches von einem durchschnittlichen Molekulargewicht von 218 und einem Olefingehalt von 52,2% mit Chlorsulfonsäure gewonnen worden ist, 5 47% eines nicht sulfonierten, aus Kohlenoxyd synthetisch gewonnenen Kohlenwasserstoffgemisches, 32% Maschinenöl und 6% Cyclohexylaminsulfat. Dieses Schmelzmittel läßt sich leicht mit heißem oder auch kaltem 10 Wasser zu einer haltbaren Emulsion verdünnen, mit der die Wolle geschmälzt wird.

Während das auf der Wolle sitzende Öl sich bei Verwendung eines entsprechenden Mittels, das an Stelle des Cyclohexylaminsalzes das Ammoniumsalz enthält, nur sehr 15 schwer auswaschen läßt, wird bei der Anwendung des Cyclohexylaminsalzes beim Auswaschen mit Sodälösung bereits eine Entfettung von 62% bewirkt; bei Zusatz geringer 20 Mengen eines synthetischen Waschmittels in sodaalkalischer Lösung wird eine Entfettung von 94% erzielt.

#### Beispiel 2

45 Wolle wird in üblicher Weise mit einem Mittel geschmälzt, das aus 17% des Ammoniumsalzes einer Sulfonsäure der in Beispiel 1 genannten Art, 3% des entsprechenden Calciumsalzes, 45% der Sulfonsäure zu- 30 grunde liegenden Kohlenwasserstoffgemisches und 35% Maschinenöl besteht und in geeigneter Weise mit Wasser verdünnt ist. Die Wolle läßt sich nach dem Schmelzen durch 35 Waschen mit verdünnter Sodälösung weitgehend von anhaftendem Öl befreien.

An Stelle des Calciumsalzes läßt sich auch das Aluminiumsalz verwenden, das man zweckmäßig durch Neutralisieren der Sulfon- 40 säure mit einem Aluminiumhydroxydgel von der ungefähren Zusammensetzung  $Al_2(OH)_5Cl$  herstellt.

#### Beispiel 3

45 Wolle wird in üblicher Weise mit einer Emulsion geschmälzt, die aus einer Mischung von 140 Teilen Mineralöl, 14 Teilen Ölsäure und 5 Teilen Cyclohexylamin durch Einrühren 50 in Wasser erhalten wurde. Die Emulsionsbereitung macht trotz des niedrigen Fettgehalts der Mischung keine Schwierigkeiten; es entsteht vielmehr ohne weiteres eine sehr feine, haltbare Emulsion, wie sie z. B. bei Verwen- 55 dung von Triäthanolamin bei so niedrigem Fettgehalt nicht in gleicher Güte erzeugt werden kann. Die Auswaschbarkeit der Emulsion ist in leicht sodaalkalischer Lösung eines synthetischen Waschmittels ausreichend, wäh- 60 rend Schmelzen, die mit anderen Basen bereitet sind, weniger leicht auswaschbar sind.

#### Beispiel 4

Wolle wird in üblicher Weise mit einer Emulsion geschmälzt, die durch Einrühren 65 der folgenden Mischung in Wasser im Verhältnis 1:10 erhalten wurde.

50 Teile einer aliphatisch-aromatischen Sulfonsäure, die durch Sulfonierung des Kondensationsproduktes aus einem durch Hydrie- 70 rung von Kohlenoxyd erhaltenen, chlorierten Kohlenwasserstoffgemisch (Siedepunkt 150 bis 220° bei 18 mm Druck) mit Benzol hergestellt worden ist, werden mit 35 Teilen Wasser versetzt und zunächst mit 4,0 Teilen Cyclo- 75 hexylamin und dann mit Ammoniak neutralisiert. Das so erhaltene Erzeugnis wird mit 270 Teilen Mineralöl verrührt. Mit der so bereiteten Mischung geschmälzte Wolle kann bereits in sodaalkalischer Lösung vorzüglich 80 ausgewaschen werden; bei Anwendung eines synthetischen Waschmittels wird eine fast vollständige Auswaschbarkeit erzielt.

#### Beispiel 5

Wolle wird in üblicher Weise mit einem wie folgt hergestellten Mittel geschmälzt:

2400 Teile der in Beispiel 4 erwähnten Sul- 90 fonsäure werden mit 192 Teilen Cyclohexylamin und anschließend mit Ammoniak neutralisiert. In das erhaltene Erzeugnis werden bei 50° 1820 Teile 8%ige Natronlauge einge- 95 rührt und 5460 Teile Mineralöl zugemischt. Eine 10%ige wäßrige Lösung dieses Wollschmelzmittels hat ein pH von 8-9 und be- 100 steht aus einem Gemisch der Ammonium-, Cyclohexylamin- und Natriumsalze.

#### Beispiel 6

Wolle wird in üblicher Weise mit einer 10%igen wäßrigen Emulsion eines wie folgt hergestellten Erzeugnisses geschmälzt:

540 Teile der in Beispiel 4 erwähnten Sul- 105 fonsäure werden zunächst mit 64 Teilen des durch Umsetzung von Äthylenoxyd mit Hexamethylenimin erhaltenen Hexamethylenimino-äthanol und dann mit Ammoniak neutralisiert. Das so erhaltene Erzeugnis wird mit 110 1800 Teilen Mineralöl und 120 Teilen Wasser vermischt.

#### Beispiel 7

Zum Schmelzen von Wolle eignet sich 115 ferner folgendes Erzeugnis:

Ein Gemisch gesättigter, aus der Hydrie- 120 rung von Kohlenoxyd stammender Kohlenwasserstoffe mit einer durchschnittlichen Kohlenstoffatomzahl von 12 bis 18 wird durch Behandeln mit Schwefeldioxyd und Chlor unter Bestrahlung mit kurzwelligem Licht und Ver-

seifung des so gewonnenen Gemisches von Sulfochloriden mit Natronlauge in das Gemisch der entsprechenden Natriumsalze übergeführt. Dieses wird in Butylalkohol gelöst.  
 5 Durch Einleiten von Chlorwasserstoffgas, Abtrennen der anorganischen Salze und Abdestillieren des Butanols wird das Gemisch der entsprechenden Sulfonsäuren erhalten. 1000 Teile davon werden mit 100 Teilen Cyclohexylamin  
 10 und im übrigen mit Ammoniak neutralisiert und dann mit 3300 Teilen Mineralöl vermischt.

**PATENTANSPRUCH:**

15 Schälzmittel für Wolle, enthaltend Mineralöl und Salze aus kapillarwirksamen

Verbindungen mit sauren, wasserlöslich-machenden Gruppen und mehrwertigen basischen Verbindungen oder einwertigen Aminen mit einem aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit mindestens 4, vorzugsweise mindestens 6 Kohlenstoffatomen oder beiden Arten von basischen Verbindungen.

Zur Abgrenzung des Anmeldegegenstandes vom Stand der Technik ist im Erteilungsverfahren folgende Druckschrift in Betracht gezogen worden:  
 25 deutsche Patentschrift . . . . . Nr. 621 396. 30