

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
2. Februar 2006 (02.02.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/010719 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
D06M 13/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/053427

(22) Internationales Anmeldedatum:
18. Juli 2005 (18.07.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2004 035 898.2 23. Juli 2004 (23.07.2004) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **CHT R. BEITLICH GMBH** [—/DE]; Bismarkstrasse 102, 72072 Tübingen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **FREUND, Christian** [DE/DE]; Bei der Linde 7/1, 72119 Ammerbuch (DE). **BRÜCKMANN, Ralf** [DE/DE]; Auf dem Kreuz 30, 72076 Tübingen (DE). **LUTZ, Harald** [DE/DE]; Marienstrasse 10, 72124 Pliezhausen (DE). **ZYSCHKA, Robert** [DE/DE]; Marienstrasse 67, 72827 Wannweil (DE).

(74) Anwalt: **JÖNSSON, Hans-Peter**; Von Kreisler Selting Werner (224), Deichmannhaus am Dom Bahnhofsvorplatz 1, 50667 Köln (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.



WO 2006/010719 A2

(54) Title: TEXTILE FINISHING AGENT CONTAINING A GAMMA-CYCLODEXTRINE AND ALPHA-TOCOPHEROL-BASED COMPLEX

(54) Bezeichnung: TEXTILAUSRÜSTUNGSMITTEL ENTHALTEND EINEN KOMPLEX AUS γ -CYCLODEXTRIN UND α -TOCOPHEROL

(57) Abstract: The invention relates to a textile finishing agent containing a γ -cyclodextrine and α -tocopherol-based complex, to the production and the use thereof and to the thus obtainable flat textile structures.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Textilausrüstungsmittel die einen Komplex bestehend aus γ -Cyclodextrin sowie α -Tocopherol enthalten, ihre Herstellung und Verwendung sowie die so erhaltenen textilen Flächengebilde.

Textilausrüstungsmittel enthaltend einen Komplex aus
 γ -Cyclodextrin und α -Tocopherol

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Textilausrüstungsmittel, die einen Komplex bestehend aus γ -Cyclodextrin sowie α -Tocopherol enthalten, ihre Herstellung und Verwendung sowie die so erhaltenen textilen Flächengebilde.

Bei Cyclodextrinen handelt es sich um cyclische Oligosaccharide, welche beim enzymatischen Abbau von Stärke gebildet werden. Sie bestehen üblicherweise aus sechs, sieben oder acht α -1,4-verknüpften Glucosebausteinen und werden entsprechend als α -, β - bzw. γ -Cyclodextrin bezeichnet [RÖMPP Online, Version 2.3, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 2004, H.-J. Buschmann, D. Knittel, K. Beermann, E. Schollmeyer, *Nachrichten aus der Chemie* 2001, 49, S. 620 .]

Durch die kovalent aneinander gebundenen Glucoseeinheiten werden relativ starre und hydrophobe Hohlräume gebildet, wobei die Innendurchmesser in Abhängigkeit von der Ringgröße zwischen 0,5 und 1,0 nm betragen. [Römpp, loc. cit.; DE 101 01 294]

Die Struktur der Cyclodextrine wird als zylindrisch beschrieben [H.-J. Buschmann, D. Knittel, E. Schollmeyer, *Melliand Textilberichte* 2003, 11-12, S. 988].

- 2 -

Dabei sind die starren Hohlräume dieser Moleküle hydrophob, während die Oberfläche aufgrund der nach außen gerichteten Hydroxygruppen hydrophil ist.

Aufgrund ihrer Eigenschaft, Gastmoleküle reversibel in die Hohlräume einlagern zu können, finden Cyclodextrine bereits zahlreiche Anwendung in der Nahrungsmittel-, Kosmetik- und pharmazeutischen Industrie sowie in der Textilindustrie [W.W. Volz, *Textilveredlung* 2003, 11-12, S. 17; DE 101 01 294 A; DE 102 00 657 A].

In den DE 40 35 378 A, DE 100 60 710 A sowie DE 198 10 951 A sind beispielsweise mit Cyclodextrinen ausgerüstete Textilmaterialien beschrieben.

Aus DE 40 35 378 A ist zu entnehmen, dass die Anwendung von Cyclodextrinen in Kombination mit der Verwendung von Cellulosevernetzern erfolgen und somit eine permanente Fixierung der Ausrüstung auf den Textilien erreicht werden kann.

In DE 198 10 951 A wird ein textiles Material enthaltend ein auf der Ware fixiertes Cyclodextrin mit mindestens einem eingelagerten pharmazeutischen Wirkstoff sowie die Herstellung des textilen Materials beschrieben. Gemäß dieser Patentschrift kann der pharmazeutische Wirkstoff durch Kontakt mit Körperflüssigkeit aus dem Cyclodextrin freigesetzt werden.

- 3 -

Ein weiterer aus dem Stand der Technik bekannter Vorteil von mit Cyclodextrinen ausgerüstetem Textilmaterial ist die Aufnahme von unpolarem Schmutz, Schweiß und Schweißabbauprodukten, so dass die Geruchsbelästigung reduziert werden kann [EP 1 127 940 A; DE 40 35 378 A]. Bei einer nachfolgenden Haushaltswäsche der mit Cyclodextrinen ausgerüsteten Textilien werden die in den Hohlräumen gespeicherten, für den schlechten Geruch verantwortlichen, Substanzen entfernt und die sogenannte „Anti-Smell-Ausrüstung“ wieder reaktiviert.

Weiterhin können Cyclodextrine dazu eingesetzt werden, Wirkstoffe wie Parfums in ihre Hohlräume einzulagern und kontrolliert in geringen Dosen wieder freizugeben. Textilien kann auf diese Weise ein angenehmer Geruch verliehen werden [EP 1 127 940 A].

Tocopherole sind in 2-Stellung mit einem 4,8,12-Trimethyltridecyl-Rest substituierte Chroman-6-ole (3,4-Dihydro-2H-1-benzopyran-6-ole) [Römpp, loc. cit.]. Die Verbindungen sind schwach gelblich-rötliche, ölige Flüssigkeiten und kommen in vielen Pflanzenölen vor.

Vitamin E ist die Sammelbezeichnung für fettlösliche, natürlich vorkommende Substanzen mit einem Chroman-Grundgerüst und einer C₁₆-Seitenkette. Der wichtigste Vertreter dieser Klasse ist nach Vorkommen und Wirksamkeit das α -Tocopherol [Römpp, loc. cit.].

Im menschlichen Körper ist α -Tocopherol das wichtigste fettlösliche Antioxidans, welches allgemein die Zellmembran vor einem Angriff durch freie Radikale schützt [loc. cit., DE 196 51 428 A], die auf unterschiedliche Art und Weise gebildet werden können.

- 4 -

So wird beispielsweise die nachhaltige Schädigung der menschlichen Haut als Folge der in den tieferen Schichten der Epidermis durch UV-Strahlung gebildeten Radikale angesehen [DE 196 51 428 A].

Im Kosmetikbereich wird α -Tocopherol daher als effektives Antioxidans aber auch als Wirkstoff aufgrund seiner hautpflegenden Eigenschaften in zahlreichen fetthaltigen kosmetischen Formulierungen eingesetzt [DE 102 00 657 A]. Auf dem Markt erhältliche Vitamin E-haltige Produkte sind u.a. Cremes, Salben, Emulsionen, Lippenstifte sowie Körper- und Gesichtöle.

So sind in DE 196 51 428 A beispielsweise topische Zubereitungen zum Schutz der Haut gegen alters- und lichtbedingte Schäden erläutert, welche Vitamin E bzw. Vitamin E-Derivate enthalten.

In der EP 1 230 911 A wird über wundheilende und hauterneuernde Eigenschaften von Vitamin E berichtet. Außerdem werden entsprechende kosmetische bzw. pharmazeutische Zubereitungen vorgestellt.

Durch die Entwicklung eines Komplexes aus α -Tocopherol sowie γ -Cyclodextrin ist es gelungen, das α -Tocopherol besser gegenüber oxidativer oder UV-bedingter Zersetzung zu stabilisieren [DE 102 00 657 A]. Beschrieben wird hier auch der Einsatz des genannten Komplexes in kosmetischen Formulierungen.

- 5 -

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung einer stabilen flüssigen Formulierung für die Textilausrüstung, die einen Komplex aus α -Tocopherol und γ -Cyclodextrin enthält und seine Applikation auf Textilien, insbesondere auf textile Flächengebilde, ermöglicht. Beim Tragen von Kleidung, hergestellt aus diesen textilen Flächengebilden, kann das α -Tocopherol durch Kontakt mit dem natürlichen Feuchtegehalt des körpernahen Mikroklimas aus den hydrophoben Hohlräumen des Cyclodextrins in die äußere Hautschicht transferiert werden. Die durch Veredlung mit erfindungsgemäßen Formulierungen erhaltenen Textilien zeigen daher eine Wellness-Funktion.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, dass sich erfindungsgemäße Textilausrüstungsmittel des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes erhalten lassen, indem zunächst eine feinteilige Suspension dieses Komplexes in Wasser unter Eintrag mechanischer Energie hergestellt und diese anschließend durch Zusatz ausgesuchter Verdickungsmittel stabilisiert wird.

In einer ersten Ausführungsform betrifft die vorliegende Erfindung ein auf Wasser basierendes Textilausrüstungsmittel enthaltend

- (A) einen Komplex aus γ -Cyclodextrin und α -Tocopherol neben
- (B) einem Verdickungsmittel.

Die Feinteiligkeit der Suspension ist ein wesentlicher Parameter sowohl für die Stabilität der resultierenden Flüssigformulierungen als auch hinsichtlich der Anwendbarkeit in der textilen Ausrüstung.

- 6 -

Stabile Produkte dürfen sich auch nach mehrmonatiger Lagerung nicht trennen. Je kleiner die durchschnittliche Partikelgröße des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes, desto stabiler werden die erfindungsgemäßen Textilausrüstungsmittel.

Produkte für die Ausrüstung von Textilien werden üblicherweise in Form wässriger Verdünnungen („Flotten“) eingesetzt und nach gängigen und allgemein bekannten Verfahren appliziert. Ist die durchschnittliche Partikelgröße einer Suspension des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes zu hoch, so führt das zu Problemen beim Ausrüstungsprozess. Es kommt im Grenzfall zur Bildung von Flocken bzw. Klümpchen in der Flotte, die insbesondere bei der Foulard-Applikation zu Ablagerungen auf der textilen Ware führen. Daher muss der genannte Komplex durch den Eintrag hoher mechanischer Energie in eine möglichst feinteilige Suspension übergeführt werden.

Diese zunächst erhaltenen Suspensionen sind aber ohne weitere Behandlung noch nicht ausreichend stabil. Der Feststoff suspendiert bereits nach 30 bis 60 Minuten.

Diese Suspensionen lassen sich durch den Zusatz von ausgesuchten Verdickungsmitteln sehr gut stabilisieren. Hierdurch wird die Viskosität der Formulierung deutlich erhöht, so dass eine Separation der festen Partikel des eingesetzten Komplexes verhindert wird.

Bezüglich der Wahl eines Verdickungsmittels ist nicht nur die Stabilität des Endproduktes ein wichtiges Kriterium, sondern auch die Kombinierbarkeit mit in der textilen Ausrüstung üblicherweise verwendeten Produkten. Eine für die Ausrüstung von Textilien

- 7 -

einsetzbare erfindungsgemäße Formulierung muss insbesondere gegenüber kationischen Komponenten verträglich sein, da Ausrüstungsflotten oft kationische Weichmachungsmittel enthalten.

Erfindungsgemäße Zusammensetzungen sind wasserbasierend und enthalten mindestens die folgenden Komponenten, wobei die Summe aus Komponente A und B einen Masseanteil von 0,5 bis 90 %, insbesondere 1 bis 60 %, bezogen auf das Textilausrüstungsmittel, aufweist:

- (A) vorzugsweise 0,5 bis 70 Gew.-%, insbesondere 1 bis 50 Gew.-% eines α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes, bezogen auf das Textilausrüstungsmittel
- (B) vorzugsweise 0,05 bis 20 Gew.-%, insbesondere 0,1 bis 10 Gew.-% eines Verdickungsmittels, bezogen auf das Textilausrüstungsmittel.

Als Komponente A werden vorzugsweise solche Komplexe eingesetzt, die das γ -Cyclodextrin und das α -Tocopherol in einem Stoffmengenverhältnis von 2:1 enthalten (1 mol α -Tocopherol sowie 2 mol γ -Cyclodextrin). Der Gehalt an eingeschlossenem α -Tocopherol bleibt in solchen stabilen Komplexen nach Lagerung unter Luftsauerstoff und Bestrahlung mit UV-Licht weitgehend konstant [DE 102 00 657 A].

Prinzipiell können als Komponente B sowohl native als auch synthetische Verdickungsmittel zum Einsatz kommen. Native Verdickungsmittel (vorzugsweise quellverzögernd), welche für die Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen verwendet werden können, sind beispielsweise Kieselsäuren, Polykieselsäuren,

- 8 -

Schichtsilikate, Gelatine und Polysaccharide wie Alginat, Xanthan, Pektine, Agar-Agar, Gummi arabicum, Galactomannane (Guar-Mehl, Johannisbrotkernmehl, Taragum), Dextrine sowie Stärke. Die Polysaccharide können chemisch modifiziert sein. Darunter werden Änderungen am Kohlenhydratgerüst beispielsweise durch oxidativen oder hydrolytischen Abbau, sowie Änderungen am Kohlenhydratgerüst unter Erhalt der Polymerkette beispielsweise durch Alkoxylierung oder Carboxymethylierung verstanden. Die resultierenden Polysaccharide können anionisch, nichtionisch oder auch kationisch sein. Zu den abgewandelten nativen Verdickungsmitteln zählen beispielsweise zahlreiche Cellulosederivate (beispielsweise Hydroxyethylcellulose, Carboxymethylcellulose, Methylcellulose, Hydroxypropylcellulose und Ethylhydroxyethylcellulose).

Synthetische Verdicker umfassen Polyvinylalkohole, Polyacrylate bzw. Polymethacrylate oder Copolymerisate der Acrylsäure bzw. Methacrylsäure mit weiteren ungesättigten Verbindungen, Polyacrylamide, Polyvinylpyrrolidone, Styrol-Maleinsäureanhydrid-Copolymerisate sowie Polyurethane. Im Sinne der Erfindung können natürlich auch alle anderen verdickend wirkenden Polymere eingesetzt werden. Die Komponente (B) kann aus einem oder aber auch mehreren Verdickungsmitteln bestehen. Diese sind vorzugsweise aus der Gruppe der nichtionischen und kationischen Verdicker ausgewählt.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Textilausrüstungsmittel erfolgt in zwei Schritten. Zunächst wird bei Raumtemperatur oder erhöhter Temperatur eine Suspension des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes hergestellt, wobei der Eintrag mechanischer Energie mit Hilfe von in der chemischen Industrie üblicherweise verwendeten

Dispergierwerkzeugen erfolgt. Es wird beispielsweise in einem Temperaturbereich zwischen 20°C und 80°C, vorzugsweise aber zwischen 25°C und 65°C gearbeitet. Die so erhaltene Suspension wird durch den Zusatz eines Verdickungsmittels (Komponente B) oder einer aus dem Verdickungsmittel hergestellten Stammverdickung stabilisiert. Stammverdickungen sind konzentrierte wässrige Verdickungen, die auf Vorrat angesetzt werden. Die Zugabe des Verdickers erfolgt unmittelbar nach der Herstellung der Suspension bei Raumtemperatur oder erhöhter Temperatur, insbesondere im Temperaturbereich von 20 °C bis 50 °C, vorzugsweise aber zwischen 20°C und 40°C. Nach einer in der Regel mehrstündigen Rührzeit (abhängig von der Art des eingesetzten Verdickers) resultiert das fertige Produkt als dickflüssige und stabile Suspension. Sogar nach mehrmonatiger Lagerzeit bei Temperaturen von 20°C bis 40°C ist keine Sedimentation der Feststoffpartikel zu beobachten.

Die im Sinne der Erfindung erhaltenen Formulierungen werden als Ausrüstungsmittel für Textilien eingesetzt. Vorzugsweise kommen diese Zusammensetzungen für die Ausrüstung von textilen Flächengebilden - insbesondere von nicht konfektionierten Geweben und Maschenwaren - mit Wellness-Funktion zum Einsatz.

Die Applikation erfolgt nach bekannten Methoden beispielsweise mit Hilfe eines Foulardprozesses oder im Ausziehverfahren. Die verwendete Flotte wird auf eine in der Textilausrüstung übliche Konzentration und auf den gewünschten pH-Wert eingestellt. Die eingesetzte Flotte kann weitere, in der Textilausrüstung übliche, Komponenten enthalten. Hierzu zählen u.a. Weichmachungsmittel auf Basis organischer und/oder Silikon-Weichmacher, Griffvariatoren, Cellulosevernetzer gegebenenfalls

zusammen mit einem Vernetzungskatalysator sowie Dispergiermittel für die Flottenstabilisierung.

Durch die Behandlung mit erfindungsgemäßen Formulierungen lassen sich textile Flächengebilde mit einer sehr vorteilhaften Wellness-Ausrüstung versehen, welche ermöglicht, dass Vitamin E beim Tragen der aus diesen textilen Flächengebilden hergestellten Bekleidung an die menschliche Haut abgegeben wird, mit allen im Stand der Technik beschriebenen Vorteilen.

Ein besonderer Vorteil der Formulierungen im Sinne dieser Erfindung ist es weiterhin, dass der α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplex fein verteilt in einer flüssigen und stabilen Matrix vorliegt, so dass ein einfacher und sicherer Einsatz in der Textilausrüstung gewährleistet werden kann. Die Applikation des reinen Feststoffs ist nach den üblichen Methoden in der Textilausrüstung nicht möglich, während der Einsatz von grobteiligen und instabilen Formulierungen des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes problematisch ist, da es – wie weiter oben beschrieben – zu unerwünschten Ablagerungen auf der Ware kommen kann. Erst durch die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen wird eine einfache und sichere Applikation im Rahmen der textilen Ausrüstung ermöglicht.

Beispiele:

Die Erfindung wird nachfolgend anhand bevorzugter Ausführungsbeispiele veranschaulicht:

Beispiel 1:

28.0 g eines handelsüblichen α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes wurden in 70.0 mL Wasser mit einer Temperatur von ca. 50°C für einige Minuten mit einem herkömmlichen Ultraturrax-Rührer gerührt. Die erhaltene Vordispersion wurde unter Rühren mit einem handelsüblichen Laborrührwerk auf eine Temperatur von ca. 30°C abgekühlt und anschließend mit 0.5 g eines handelsüblichen Xanthan-Verdickers versetzt. Diese Mischung wurde ca. drei Stunden gerührt, wobei sich die Viskosität sukzessive bis auf einen Endwert von ca. 2700 mPas erhöhte. Es wurde mit Wasser auf 100 g aufgefüllt und filtriert.

Die Formulierung war über einen Zeitraum von mehreren Monaten bei einer Temperatur zwischen 20°C und 40°C stabil. Es fand keine Sedimentation des Feststoffes statt.

..

Beispiel 2:

13.0 g des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes wurden in 85.0 mL Wasser mit einer Temperatur von ca. 60°C für einige Minuten mit einem herkömmlichen Ultraturrax-Rührer gerührt. Die so erhaltene Vordispersion wurde unter Rühren mit einem handelsüblichen Laborrührwerk auf eine Temperatur von ca. 30°C abgekühlt und anschließend mit 0.9 g eines handelsüblichen Guar-Verdickers versetzt. Diese Mischung wurde ca. fünf Stunden gerührt, wobei sich die Viskosität sukzessive bis auf einen Endwert von ca. 2200 mPas erhöhte. Es wurde mit Wasser auf 100 g aufgefüllt und filtriert.

Die Formulierung war über einen Zeitraum von mehreren Monaten bei einer Temperatur zwischen 20°C und 40°C stabil. Es fand keine Sedimentation des Feststoffes statt.

Beispiel 3:

8.0 g des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes wurden in 40 mL Wasser mit einer Temperatur von ca. 55°C für einige Minuten mit einem herkömmlichen Ultraturrax-Rührer gerührt. Die so erhaltene Vordispersion wurde unter Rühren mit einem handelsüblichen Laborrührwerk auf eine Temperatur von ca. 30°C abgekühlt und anschließend langsam mit 52 g einer 15%igen wässrigen Stammverdickung eines handelsüblichen Polyurethan-Verdickers versetzt. Diese Mischung wurde ca. drei Stunden gerührt, wobei sich die Viskosität sukzessive bis auf einen Endwert von ca. 2500 mPas erhöhte.

Es wurde mit Wasser auf 100 g aufgefüllt und filtriert.

Die Formulierung war über einen Zeitraum von mehreren Monaten bei einer Temperatur zwischen 20°C und 40°C stabil. Es fand keine Sedimentation des Feststoffes statt.

Testmethoden:

Stabilität

Die Stabilität der erfindungsgemäßen Formulierungen wurde durch visuelle Prüfung von bei Raumtemperatur bzw. 40°C gelagerten Proben

- 13 -

(Glasflaschen) sowie Zentrifugentests ermittelt. Bei den standardmäßig durchgeführten Zentrifugentests ließ man ca. 10-15 g der Formulierung in üblichen Zentrifugengläsern für 60 Minuten bei 5000 Umdrehungen pro Minute rotieren. Stabile Zusammensetzungen im Sinne der Erfindung zeigten keine Separation.

Anwendung erfindungsgemäßer Textilausrüstungsmittel

Die Prüfung der Einsetzbarkeit der erfindungsgemäßen Textilausrüstungsmittel erfolgte durch Foulard-Applikation. Es wurden verschiedene Ausrüstungsflotten nach üblichen, aus der Praxis bekannten Rezepturen hergestellt und auf verschiedene Gewebe sowie Maschenwaren foulardiert. Die erhaltenen ausgerüsteten textilen Flächengebilde wurden nach einschlägig bekannten Standardmethoden getrocknet. Die angewandten Rezepturen enthielten u.a. filmbildende Komponenten wie beispielsweise Polyacrylatdispersionen oder Polyurethandispersionen zur dauerhaften Fixierung des α -Tocopherol- γ -Cyclodextrin-Komplexes auf der Ware.

Beurteilt wurden die Qualität der verschiedenen Flotten (Separation, Ausfällungen, Flockenbildung, Feinheit), sowie die Optik der ausgerüsteten Ware (Rückstände). Sämtliche Ausrüstungsflotten erwiesen sich als einwandfrei und auch die ausgerüsteten Textilien zeigten keinerlei Ablagerungen.

In einer weiteren Testreihe wurde untersucht, ob der Weichgriff von ausgerüsteter Ware durch Zusatz der erfindungsgemäßen Textilausrüstungsmittel in die Ausrüstungsflotte beeinflusst wird. Es wurden hierfür ebenfalls verschiedene Gewebe und Maschenwaren nach

üblichen Rezepturen ausgerüstet, wobei jeweils mit und ohne Zusatz (sonst rezeptgleich) erfindungsgemäßer Textilausrüstungsmittel gearbeitet wurde.

Die anonymisierten Griffproben wurden von einem erfahrenen Team unabhängig voneinander bezüglich ihres Griffausfalls bewertet. Nach diesen Ergebnissen wird der Weichgriff tendenziell sogar leicht verbessert in Richtung eines üblicherweise „volleren Griffs“.

Nachweis von Vitamin E auf der Ware

Weiterhin wurde untersucht, ob sich Vitamin E auf den ausgerüsteten Textilien nachweisen ließ und wie die Waschbeständigkeit einer solchen Ausrüstung zu beurteilen ist.

Der qualitative Nachweis von Vitamin E auf den mit erfindungsgemäßen Textilausrüstungsmitteln veredelten Textilien gelang durch eine Farbreaktion, wobei die reduktiven Eigenschaften von Vitamin E ausgenutzt werden [G. Jander, E. Blasius, *Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie*, 12. Auflage, S. Hirzel Verlag, Stuttgart 1983].

Das entsprechend ausgerüstete Textil wurde zunächst mit einigen Tropfen einer FeCl_3 -Lösung versetzt, wobei Fe(III) in Gegenwart von Vitamin E zu Fe(II) reduziert wird. Durch das anschließende Auftropfen einer 2,2'-Bipyridin-Lösung wurde eine intensiv rote Färbung erzeugt, da aus Fe(II) und 2,2'-Bipyridin ein roter Chelatkomplex gebildet wird. Eine Blindprobe auf einem Textil ohne Ausrüstung mit Formulierungen im Sinne der Erfindung zeigte im Vergleich keine Farbreaktion.

- 15 -

Diese Methode ließ sich ebenfalls zur Beurteilung der Waschbeständigkeit heranziehen. Die nach üblichen Rezepturen (inklusive erfindungsgemäßer Textilausrüstungsmittel) ausgerüsteten Gewebe und Maschenwaren wurden insgesamt fünf aufeinander folgenden Haushaltswäschen bei 40°C unterzogen. Anschließend konnte das Vitamin E mit Hilfe der beschriebenen Analysenmethode eindeutig auf der Ware nachgewiesen werden.

Patentansprüche:

1. Auf Wasser basierende Textilausrüstungsmittel enthaltend
 - (A) einen Komplex aus γ -Cyclodextrin und α -Tocopherol neben
 - (B) einem Verdickungsmittel.
2. Textilausrüstungsmittel nach Anspruch 1 enthaltend einen Masseanteil von (A) und (B) im Bereich von 0,5 bis 90 %, insbesondere 1 bis 60 %, bezogen auf das Textilausrüstungsmittel.
3. Textilausrüstungsmittel nach Anspruch 1 oder 2 enthaltend 0,5 bis 70 Gew. %, insbesondere 1 bis 50 Gew. % der Komponente (A), bezogen auf das Textilausrüstungsmittel.
4. Textilausrüstungsmittel nach Anspruch 1 oder 2 enthaltend 0,05 bis 20 Gew. %, insbesondere 0,1 bis 10 Gew. % der Komponente (B), bezogen auf das Textilausrüstungsmittel.
5. Textilausrüstungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Stoffmengenverhältnis des γ -Cyclodextrins zum α -Tocopherol 2 zu 1 beträgt.
6. Textilausrüstungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Verdickungsmittel ausgewählt ist aus organischen natürlichen Verdickungsmitteln, organischen abgewandelten Naturstoffen, organischen vollsynthetischen Verdickungsmitteln, anorganischen Verdickungsmitteln und deren Gemische.

- 17 -

7. Textilausrüstungsmittel nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die organischen Verdickungsmittel ausgewählt sind aus Agar-Agar, Carrageen, Tragant, Gummi-Arabicum, Alginaten, Pektinen, Polyosen, Galactomannanen, insbesondere Taragum, Guar-Mehl und Johannisbrotbaum-Kernmehl, Stärke, Dextrinen, Gelatine, Casein und deren Gemischen.

8. Textilausrüstungsmittel nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die organischen abgewandelten Naturstoffe ausgewählt sind aus Celluloseethern, insbesondere Carboxymethylcellulosen, Hydroxyethylcellulosen, Hydroxypropylcellulosen, Ethylhydroxyethylcellulosen sowie Methylcellulosen, Kernmehlethern und deren Gemischen.

9. Textilausrüstungsmittel nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die organischen vollsynthetischen Verdickungsmittel ausgewählt sind aus Polyacryl-Verbindungen, Polymethacryl-Verbindungen, Vinylpolymeren, Polycarbonsäuren, Polyethern, Polyaminen, Polyamiden, Polyurethanen und deren Gemischen.

10. Textilausrüstungsmittel nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die anorganischen Verdickungsmittel ausgewählt sind aus Polykieselsäuren und Tonmineralien, insbesondere Montmorilloniten, Zeolithen, Kieselsäuren und deren Gemischen.

11. Textilausrüstungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10 enthaltend weiterhin Weichmachungsmittel auf der Basis organischer und/oder Silikon-Weichmacher, Griffvariatoren, Cellulosevernetzer,

gegebenenfalls in Kombination mit einem Vernetzungsmittel sowie Dispergiermitteln für die Flottenstabilisierung.

12. Verfahren zur Herstellung von Textilausrüstungsmitteln nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass man in einem ersten Schritt eine wässrige Suspension der Komponente (A) unter Eintrag mechanischer Energie bei Raumtemperatur oder erhöhter Temperatur herstellt und in einem zweiten Schritt in die erhaltene Suspension die Komponente (B) bei Raumtemperatur oder erhöhter Temperatur einträgt.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass man im ersten Schritt eine Temperatur im Bereich von 20 bis 80 °C, insbesondere 25 bis 65 °C einstellt.

14. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass man im zweiten Schritt eine Temperatur im Bereich von 20 bis 50 °C, insbesondere 20 bis 40 °C einstellt.

15. Verwendung der Textilausrüstungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11 im Ausziehverfahren oder durch Foulard-Applikation auf textilen Flächengebilden, insbesondere nicht konfektionierten Geweben und Maschenwaren, insbesondere mit Wellness-Funktion.

16. Textile Flächengebilde enthaltend eine Oberflächenausstattung mit einem Textilausrüstungsmittel enthaltend

- (A) einen Komplex aus γ -Cyclodextrin und α -Tocopherol neben
- (B) einem Verdickungsmittel.