



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 000 137
A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 78100138.3

(51) Int. Cl.²: C 08 G 65/32, B 01 F 17/00,
D 06 P 1/613

(22) Anmeldetag: 12.06.78

(30) Priorität: 25.06.77 DE 2728767
31.12.77 DE 2759204

(71) Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT,
Postfach 80 03 20,
D-6230 Frankfurt/M Main 80 (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
10.01.79 Patentblatt 79/1

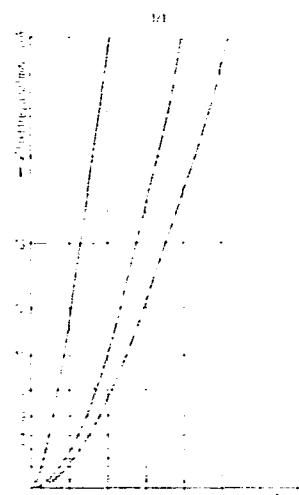
(72) Erfinder: Ong, Sienling, Dr.,
Jahnstrasse 38,
D-6238 Hofheim am Taunus (DE)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB

(72) Erfinder: Cuntze, Ulrich, Dr.,
Hundshager Weg 2,
D-6238 Hofheim am Taunus (DE)

(54) Polyglykolester, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als oberflächenaktive Mittel.

(57) Polyglykolester, die durch partielle Veresterung eines Oxalkylats des 1,1,1-Trimethylo läthans oder Pentaerythrins mit einem Gemisch aus Äthylenoxid und Propylenoxid im Molverhältnis 2 : 1 bis 4 : 1 mit unterstöchiometrischen Mengen einer Carbonsäure mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einem acylierenden Derivat einer solchen Carbonsäure erhältlich sind, können als oberflächenaktive Mittel verwendet werden. Die Polyglykolester erhöhen bzw. stabilisieren die Viskosität wässriger Systeme und sind auch als Emulgatoren geeignet.



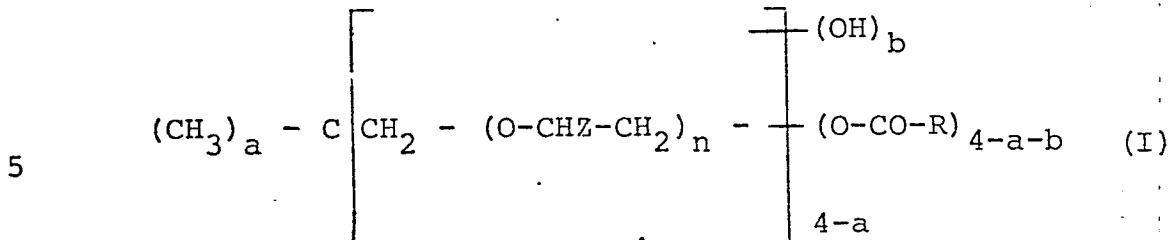
EP 0 000 137 A1

- 1 -

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT HOE 77/F 130K Dr.Kl/hka

Polyglykolester, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre
Verwendung als oberflächenaktive Mittel

Gegenstand der Erfindung sind Polyglykolester der Formel I



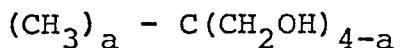
in welcher R ein offenkettiger aliphatischer Rest mit 9 bis 19, vorzugsweise 11 bis 17 C-Atomen ist, z für Wasserstoff und Methyl steht, wobei das Verhältnis H : CH₃ 2 : 1 bis 4 : 1, vorzugsweise 2,5 : 1 bis 3,5 : 1 beträgt, a Null oder 1 ist, b 1 bis 1,5 ist und (4-a) · n 150 bis 300, vorzugsweise 200 bis 250 ist.

Besonders bevorzugt sind Polyglykolester, in denen der Rest R-CO Oleyl ist, das Verhältnis von H : CH₃ im Rest z 3 : 1 in statistischer Verteilung ist, a für Null steht, b 1,1 ist und (4-a) · n etwa 210 ist.

5

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der genannten Polyglykolester, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man eine Verbindung der Formel

10



in der a Null oder 1 ist, mit der 150 - 300-fach, vorzugsweise 200 - 250fach, insbesondere etwa 210fach molaren Menge eines Gemisches aus Äthylenoxid und Propylenoxid im Molverhältnis 2 : 1 bis 4 : 1 oxalkyliert und das Oxalkylat mit einem den Rest R-CO einführenden Acylierungsmittel partiell verestert. Als solche Acylierungsmittel kommen natürliche oder synthetische Fettsäuren wie beispielsweise Stearin-
15 säure, Palmitinsäure, Ölsäure, Linolensäure, Talgfettsäure, Tallöl-
fettsäure, Isostearinsäure, Kokosfettsäure oder Mischungen solcher
20 Säuren sowie die entsprechenden Säurechloride in Betracht.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin die Verwendung der neuen Polyglykolester als oberflächenaktive Mittel.

25

Vor allem eignen sich die neuen Polyglykolester zur Erhöhung bzw. Stabilisierung der Viskosität wässriger Systeme, insbesondere als Zusatz zu Druckpasten oder Klotzflotten. Hierzu werden die Polyglykolester in Mengen von etwa 0,1 die etwa 10 %, bezogen auf das Gewicht der fertigen Zubereitung, zu-
30 gesetzt, also etwa 1 bis 100 g, vorzugsweise 2 bis 30 g Polyglykolester pro kg Druckpaste.

Wässrige Zubereitungen der erfindungsgemäßen Polyglykolester können bereits ohne weitere Zusätze als Verdickungsmittel

eingesetzt werden. Besonders vorteilhaft sind jedoch die neuen Polyglykolester als Zusätze zu anderen bekannten Verdickungsmitteln, wobei sie die Viskosität wäßriger Systeme nicht nur erhöhen, sondern vor allem auch stabilisieren können.

Es ist bekannt, daß insbesondere Druckpasten auf Basis synthetischer Verdickungsmittel oder Öl-in-Wasser-Emulsionen sowie Mischungen dieser Emulsionen mit nativen Verdickungsmitteln bei Zugabe von Elektrolyten ihre Viskosität ganz oder teilweise verlieren und damit unbrauchbar werden. Da die handelsüblichen Farbstoffe und Druckereihilfsmittel normalerweise elektrolythaltig sind, ist es in der Praxis nicht zu vermeiden, Elektrolyte in die Druckpasten einzubringen. Es ist deshalb im allgemeinen erforderlich, eine Reihe von Vorversuchen durchzuführen, in denen die Verträglichkeit der Druckpastenkomponenten festgestellt werden muß, bevor man zu einer brauchbaren und lagerfähigen Druckpaste kommt. Trotz dieser Vorsorgemaßnahmen ist es jedoch oft nicht zu vermeiden, daß die Druckpasten nach einiger Zeit ihre Viskosität verlieren, vor allem in der Wärme, d.h. insbesondere in wärmeren Ländern oder während des Sommers.

Einem Verdickungsmittel fallen bekanntlich eine ganze Reihe von Aufgaben zu: Es muß dem durch die Capillarkräfte des Gewebes bedingten Ausfließen von Farbstofflösungen entgegenwirken. Weiterhin verhindert es beim Rouleauxdruck die Tendenz der Druckfarben, dem Gesetz der Schwere folgend aus den Gravuren der rotierenden Druckwalze auszulaufen. Das Verdickungsmittel bietet weiterhin die Möglichkeit, verschiedene Reaktionspartner in einer Druckfarbe unterzubringen, welche in dessen Abwesenheit vorzeitig, d.h. schon in der Druckfarbe und nicht erst auf der Faser, miteinander reagieren würden. Das Verdickungsmittel wirkt hierbei als "Distanzator".

und verhindert die verfrühte Wechselwirkung reaktionsfreudiger Komponenten. So kann man beispielsweise in einer Druckfarbe eines kationischen Farbstoffs Tannin unterbringen, ohne daß die Bildung des Tanninlacks, welche erst beim
5 Dämpfen auf der Faser erfolgen soll, eintritt. Werden in einer Druckpaste Pigmente wie Kaolin oder Zinkoxid untergebracht, so hat das Verdickungsmittel weiterhin die Aufgabe, solche Substanzen in homogener Dispersion zu halten und dafür zu sorgen, daß sich das Pigment nicht in den Gravuren der Wal-
10 zen festsetzt, sondern homogen mit der Druckfarbe auf die Ware gelangt.

Die Auswahl eines Verdickungsmittels wird dementsprechend durch eine Vielzahl von Faktoren dirigiert. Sie wird u.a.
15 durch die Art des Druckverfahrens, durch die Zusammensetzung der Druckfarbe, durch die Tiefe der Walzengravur und die geforderte Farbtiefe des Drucks, durch die Warenqualität, insbesondere wenn die Forderung nach einem Durchdruck besteht, und auch durch die Art der Musterung, d.h. ob klein- oder
20 großflächige Muster (Passer oder Decker) gedruckt werden sollen, bestimmt. Die erfindungsgemäßen Polyglykolester eignen sich insbesondere als Zusatz zu rein synthetischen Verdickungsmitteln, insbesondere solchen, die Carboxylgruppen enthalten. Als solche kommen in erster Linie Copolymeren aus
25 Maleinsäureanhydrid und einem Vinylalkyläther oder anderen copolymerisierbaren Monomeren in Betracht, die mit polybasischen Aminen, mehrwertigen Alkoholen oder Aminoalkoholen quer vernetzt sein können, weiterhin Polymerisate der Acrylsäure, Maleinsäure oder deren Anhydriden, die mit Di-
30 vinylbenzol oder ungesättigten Diestern, wie Dialkylmaleinester oder Äthylenglycoldimethacrylestern quer vernetzt sein können.

Weiterhin eignen sich die erfindungsgemäßen Polyglykoläther als Zusätze zu Öl-in-Wasser- und Wasser-in-Öl-Emulsionen

und deren Mischungen mit nativen Verdickungsmitteln. In allen diesen Systemen können die erfindungsgemäßen Polyglykolester nicht nur die Viskosität erhöhen bzw. stabilisieren, sondern erlauben auch die Wiederherstellung der

- 5 viskosität eines Systems, das beispielsweise durch Elektrolyteinfluß geschädigt wurde.

Es wurde weiterhin gefunden, daß man die Verbindungen der Formel I auch als Emulgatoren verwenden kann. Bevorzugt

- 10 werden die Verbindungen der Formel I zur Herstellung von Farbstoffemulsionen verwendet, die zum Färben und Bedrucken von Textilien eingesetzt werden. Diese Emulsionen zeigen ein außergewöhnlich gutes Eindringungsvermögen in die Textilien, so daß gleichmäßige, tiefe Färbungen mit guten
15 Echtheitseigenschaften resultieren.

Bei der Kolorierung von Textilien ist der arbeitsintensivste Schritt der Waschprozess, bei dem Verdickungsmittel, Farbstoff- und Hilfmittelreste aus dem Textilgut entfernt werden

- 20 Rationalisierungsbestrebungen setzen deshalb verständlicherweise beim Waschprozess ein. Es werden deshalb in Textildruckpasten Emulsionsverdickungen eingesetzt, da sich hierbei eine zusätzliche Entfernung der Verdickungsmittelreste erübriggt. Auch dort, wo anstelle von Vollemulsionen nur
25 Halbemulsionen zur Anwendung kommen, ist der Rationalisierungseffekt noch beachtlich. Übliche Emulsionsverdickungen für den Textildruck werden aus Wasser, einem mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösemittel oder Lösemittelgemisch und einem Emulgator hergestellt. Die bisher üblichen Emulsionsverdickungen weisen jedoch eine Reihe von Nachteilen auf: Aufgrund der relativ geringen Emulgierwirkung der herkömmlichen Emulgatoren waren ziemlich große Mengen dieser oberflächenaktiven Mittel erforderlich, die häufig beim Herstellen der Emulsionen zu starkem Schäumen führten. Übliche Entschäumer,

wie sie in der Textilindustrie verwendet werden, können jedoch die Stabilität und Wirksamkeit der Druckpasten verändern. Insbesondere besteht die Gefahr, daß durch den Zusatz entschäumender Komponenten eine Spaltung der Emulsion auf-
5 treten kann, d.h. die bereits fertigen Emulsionen wieder ge-
brochen werden. Dieser Effekt ist häufig nur eine Frage des Mengenverhältnisses, d.h. oberflächenaktive Mittel können bis zu einer bestimmten Einsatzmenge als Emulgatoren und darüber als Emulsionsspalter wirken. Die zugesetzten Entschäumer
10 zeigen somit eine negative synergistische Wirkung. Ein weiterer damit zusammenhängender Nachteil ist die verschlech-
terte Reibechtheit von Pigmentdrucken.

Aufgrund der hohen Emulgierwirkung der Verbindungen der
15 Formel I können erheblich geringere Mengen zur Herstellung einer stabilen Emulsion eingesetzt werden. Dazu kommt noch, daß die Verbindungen der Formel I an sich wenig Schaum erzeugen. Für die erfindungsgemäßen Emulsionen ist somit der Zusatz von Entschäumern entbehrlich. Bei der Herstellung von
20 Emulsionsverdickungen entsprechend der vorliegenden Erfindung sind somit auch keine Vorkehrungen wie bei den üblichen schäumenden Emulgatoren, beispielsweise die Verwendung un-
verhältnismäßig großer Gefäße, erforderlich. Aufgrund der geringen Mengen an oberflächenaktiven Mitteln sind auch die
25 Reibechtheiten der damit hergestellten Pigmentdrucke ver-
bessert, weil der Kunststoff-Film weniger Fremdanteile in Form des schwerflüchtigen Emulgators enthält. Außerdem resultiert ein weicherer Griff der nach dem Pigmentdruck-
verfahren bedruckten Ware, weil die zur Kompensation der
30 reibechheitsschädlichen Emulgatoren notwendige, aber zu einem steifen Griff führende Bindermenge erheblich herab-
gesetzt werden kann.

Auch in den sogenannten Halbemulsionsverdickungen, bei denen
35 die Druckpasten außer Wasser und den genannten Lösemitteln

noch wasserquellbare Verdickungsmittel enthalten, zeigen die erfindungsgemäßen Emulgatoren im Vergleich zu den handelsüblichen Produkten wesentliche Vorteile: Die üblichen wasserquellbaren Verdickungsmittel, nämlich Alginat, Kernmehl-
5 äther, Stärkeäther oder Carboxymethylcellulose enthalten mehr oder weniger erhebliche Mengen an Alkaliionen, die als Elektrolyte Emulsionen brechen können. Da Halbemulsionsverdickungen meistens für Druckpasten mit Reaktiv-, Dispersions- und
10 Säurefarbstoffen verwendet werden und diese Farbstoffe entweder selbst Elektrolyte sind oder in ihren handelsüblichen Präparationen Elektrolyte enthalten, wurde dieses Problem bisher durch Einsatz von entsprechend großen Mengen an Emulgatoren zu lösen versucht. Diese hohen Emulgatormengen brachten nicht nur die bereits vorstehend geschilderten
15 Nachteile mit sich, sondern führten häufig auch zu einer Herabsetzung der Brillanz der Drucke. Demgegenüber sind die erfindungsgemäßen Emulgatoren wesentlich weniger empfindlich gegen Elektrolyte als die bisher üblichen Produkte. Es genügen also auch im Falle von Halbemulsionen geringe Emulgatorenmengen.
20

Eine entsprechend der vorliegenden Erfindung erhaltene Emulsionsverdickung enthält, bezogen auf das Gewicht der fertigen Emulsionsverdickung, 0,1 bis 2, vorzugsweise 0,2 bis 1 % Verbindungen der Formel I, 50 bis 70 % der mit Wasser nicht mischbaren Lösemittel und 28 bis 49,9 % Wasser. Als mit Wasser nicht mischbare Lösemittel kommen hauptsächlich Kohlenwasserstoffe wie Hexane, Heptane, Nonane, Cyclohexylibenzol, Toluol, Xylol; Tetrahydronaphthalin und Benzine
25 oder Gemische solcher Lösemittel in Frage.
30

Die mit solchen Emulsionsverdickungen hergestellten Druckpasten enthalten weiterhin Farbmittel, insbesondere Pigmente, und Bindemittel. Gegebenenfalls können diese Druck-

pasten auch Säurespender wie Diammoniumhydrogenphosphat enthalten.

Die mit den erfindungsgemäßen Emulsionen bereiteten Druckpasten ergeben sehr egale und brillante Drucke mit sehr gutem Stand. Diese Druckpasten eignen sich insbesondere für den Pigmentdruck auf Baumwolle, Zellwolle und anderen natürlichen und auch synthetischen Fasern und deren Mischungen, insbesondere auf Mischungen von natürlichen und synthetischen Fasern. Die erfindungsgemäßen Emulsionsverdickungen eignen sich auch im Gemisch mit wasserquellbaren Verdickungsmitteln, wie Alginaten, Kernmehlättern, Stärkeättern oder Carboxymethylcellulosen für Druckpasten mit Farbstoffen, beispielsweise Dispersionsfarbstoffen, Reaktivfarbstoffen und Säurefarbstoffen.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Emulsionen kann durch gemeinsames Verrühren der ölichen und der wäßrigen Phase mit dem Emulgator oder nach anderen üblichen literaturbekannten Verfahren erfolgen (P. Becker, Emulsions: Theory and Practice, Reinhold Publishing Corp., New York, 1957, S. 209, Houben-Weyl, Bd. I 2, S. 97). Hierbei erweist es sich als vorteilhaft, daß die Verbindungen der Formel I wasserlöslich sind, so daß sie als wäßrige Lösungen zur Herstellung der Emulsionen eingesetzt werden können.

Ein besonderer Vorteil der Verbindungen der Formel I ist es, daß in der Regel bei der Herstellung der Emulsionen nur einfache Rührer eingesetzt werden müssen. Auch hierdurch werden gegenüber anderen Emulgatoren erhebliche Verfahrensvereinfachungen erreicht.

Die erfindungsgemäßen Emulsionen weisen eine hervorragende Stabilität auf. So lange es dannnoch bei längerer Lagerung unter ungünstigen Bedingungen zu Aufräumungen kommen, so

sind diese reversibel und im allgemeinen durch leichtes Röhren wieder in die ursprüngliche Emulsion überführbar.

Mit den erfindungsgemäßen Emulgatoren können die unterschiedlichsten Emulsionen hergestellt werden. Bevorzugt werden als ölige Phase neben den genannten organischen nicht wassermischbaren Lösemitteln Alterungsschutzmittel, Weichmacher und sonstige Hilfsmittel für den Kautschuksektor, biologische Wirkstoffe im Pflanzenschutzbereich, Hilfsmittel im Färberei-, Textil- und Lederverarbeitungssektor und in der Polymerisationstechnik, insbesondere für Emulsionspolymerisationen, eingesetzt.

In den folgenden Beispielen beziehen sich Teile und Prozentangaben auf das Gewicht, sofern nichts anderes angegeben ist.

Beispiel 1

- 20 Es wird eine Druckpaste folgender Zusammensetzung
 - 25 Gewichtsteile des Pigments C. I. 74160 in handelsüblicher Flüssigkeinstellung
 - 50 Gewichtsteile eines Binders auf Basis einer selbstreaktiven copolymeren Acrylat-Dispersion
 - 25 Gewichtsteile eines Binders aus einer selbstvernetzenden Mischpolymerisatdispersion auf Butadienbasis
 - 15 Gewichtsteile Hexakis-(methoxy-methyl)-melamin
- 30 20 Gewichtsteile eines Weichmachers auf Silikonbasis
- 35 Gewichtsteile eines hochpolymeren synthetischen Verdickungsmittels auf Basis Acrylsäure-Maleinsäureanhydrid im Molverhältnis von 1 : 1 und vom Molgewicht von 2 000 000

795 Gewichtsteile Wasser

990 Gewichtsteile

hergestellt und in 3 gleiche Teile zu je 330 g aufgeteilt.

- 5 Zu Teil 1 werden 2 ml Wasser (Druckpaste A),
zu Teil 2 werden 2 ml einer 33 prozentigen wäßrigen Lösung
von Ammoniumsulfat (Druckpaste B) und
zu Teil 3 werden 2 ml einer 33 prozentigen wäßrigen Lösung
von Ammoniumsulfat und 2,5 g des nach-
10 stehend definierten erfindungsgemäßen Pro-
duktes (Druckpaste C)

zugegeben und gut verrührt.

- 15 Rheologische Vergleichsmessungen der Viskosität dieser 3 Druckpasten mit einem Rotationsviskosimeter des Searle-Typs (Rheomat 30 der Firma Contraves, Meßsystem HS 25) bei einem Schergefälle D von 481 bis $34\ 000\ sec^{-1}$, einer Temperatur von 20°C und einem Drehmoment von 0 bis 200 cNm
20 (0 - 1,96 cNm) zeigen die viskositätsstabilisierende Wirkung des erfindungsgemäßen Produktes. Die Meßergebnisse in Form von Fließkurven sind dem Rheogramm zu entnehmen:

- Die Punkt-Strich-Kurve wurde mit Druckpaste A, die durchgezogene Kurve mit Druckpaste B und die Strich-Strich-Kurve mit Druckpaste C erhalten.

- Dem Rheogramm ist zu entnehmen, daß die Viskosität der Druckpaste A mit der Strich-Punkt-Fließkurve durch die Zugabe eines 30 Elektrolyts stark abnimmt (Druckpaste B mit der durchgezogenen Fließkurve).

Die Druckpaste C mit der Strich-Strich-Fließkurve zeigt die viskositätsverbessernde Wirkung des Erfindungsproduktes.

Herstellung des erfindungsgemäßen Produktes:

Pentaerythrit wird mit einem Gemisch aus Äthylenoxid und Propylenoxid im Molverhältnis 3 : 1 bis zu einem Molge-
5 wicht von 10 000 oxalkyliert. 1 Mol dieses Oxalkylats wird dann mit 2,9 Mol Ölsäure bei einer Temperatur von 160 - 165° C
15 Stunden in einer Stickstoffatmosphäre verestert.

Dieses Produkt wird in den folgenden Beispielen kurz als
10 "Polyglykolester" bezeichnet. Diese Beispiele beschreiben die Verwendung des Polyglykolesters als Emulgator.

Beispiel 2

15 In

790 Teile einer Öl-in-Wasser-Emulsion, die aus 75 % Benzin mit einer Siedetemperatur zwischen 120 und 200°C,
0,4 % Polyglykolester und

20 24,6 % Wasser besteht, röhrt man nacheinander ein:

150 Teile einer 40 prozentigen wäßrigen Dispersion eines Copolymerisates aus
55 % n-Butylacrylat,
25 23 % Acrylnitril,
17 % Vinylchlorid und
5 % N-Methylolmethacrylamid,

30 Teile einer 25 prozentigen wäßrigen Anteigung von C. I.
Pigment Red 5, C. I. Nr. 12490 und
30 Teile Diammoniumphosphat, 30 prozentig, in Wasser.

Man erhält eine gut verarbeitbare, schaumarme Pigment-Druck-paste.

Ein Baumwollpopelingewebe wird mit dieser Druckpaste bedruckt, getrocknet und 7 Minuten bei 150°C fixiert. Man erhält brillante rote Drucke mit sehr guten Reibechtheiten.

5 Beispiel 3

- In eine Mischung aus
600 Teilen einer 4 prozentigen wässrigen Lösung von Natrium-alginat,
10 10 Teilen Natrium-m-nitrobenzolsulfonat,
2 Teilen Polyglykolester,
28 Teilen C. I. Reactive Yellow C. I. 18972,
10 Teilen Natriumhydrogencarbonat und
200 Teilen Wasser
15 emulgiert man unter hochtourigem Rühren

150 Teile eines Benzins vom Siedepunkt 140 bis 200°C.

- Mit dieser schaumarmen, gut verarbeitbaren Druckpaste wird
ein Gewebe aus Zellwolle bedruckt, getrocknet, 5 Minuten
im Sattdampf fixiert und gewaschen. Bereits nach einem
kürzeren Spül- und Waschvorgang enthält das Gewebe keine
Verdickungsmittelreste mehr. Nach dem Trocknen kommt die
hohe Brillanz der gelben Drucke deutlicher zum Ausdruck.

25

Beispiel 4

- Ein Gewebe aus Polyäthylenenglykolterephthalat wird mit
einer Druckpaste; bestehend aus
30:
40 Teilen einer 20 prozentigen wässrigen Anteigung von
C. I. Disperse Orange, C. I. 26080 und
960 Teilen einer Halbemulsion mit einem Gehalt an
350 Teilen Benzin,

648 Teilen einer 6 prozentigen wäßrigen Lösung
eines Kernmehlathers und
2 Teilen Polyglykolester
bedruckt, getrocknet, 1 Minute in Heißluft bei 200°C fixiert
5 und nach einer reduktiven Behandlung gewaschen.

Man erhält brillante orangefarbige Drucke mit sehr gutem Stand.

10 Beispiel 5

In eine Mischung aus
20 Teilen Wasser und
0,1 Teil Polyglykolester werden bei Raumtemperatur mit
15 einem Turborührer
20 Teile Dibenzyläther eingerührt. Anschließend wird
5 - 10 Minuten bei Raumtemperatur nachgerührt.
Die erhaltene Emulsion ist sehr stabil und zeigt
über Monate keinerlei Trennerscheinungen.

20

Beispiel 6

In eine Mischung aus
20 Teilen Wasser und
25 0,2 Teilen Polyglykolester werden bei Raumtemperatur mit
einem Turborührer
20 Teile Dibenzyläther eingerührt. Anschließend wird
5 - 10 Minuten bei Raumtemperatur nachgerührt.
Die erhaltene Emulsion ist sehr stabil und zeigt
30 über Monate keinerlei Trennerscheinungen.

Beispiel 7

Durch 5 - 10 Minuten langes Rühren mit einem Turborührer
35 bei Raumtemperatur wird eine Emulsion hergestellt aus

20 Teilen Toluol,
20 Teilen Wasser und
0,1 Teil Polyglykolester. Die erhaltene Emulsion ist sehr
stabil und zeigt über Wochen keinerlei Trenner-
scheinungen.
5

Beispiel 8

20 Teile eines handelsüblichen Spindelöls werden mit
10 20 Teilen Wasser und
0,6 Teilen Polyglykolester vermischt und 5 - 10 Minuten
mit einem Turborührer bei Raumtemperatur ge-
rührt. Man erhält eine sehr stabile Öl-in-
Wasser-Emulsion.

15

Beispiel 9

20 Teile des Kautschukalterungsschutzmittels
Vulkanox KSM^(R) (Gemisch von aralkylierten
20 Phenolen; Handelsprodukt der Firma Bayer AG)
werden mit
0,5 Teilen Polyglykolester und 20 Teilen Wasser zusammen-
gegeben. Das Gemisch wird bei Raumtemperatur mit
einem Turborührer 5 - 10 Minuten lang gerührt.
25 Man erhält eine sehr stabile Emulsion, die über
Monate keinerlei Trennerscheinungen zeigt.

Beispiel 10

30 In einem Zweiliter-Dreihalskolben mit Rührer und Rückfluß-
küller werden
200 g Methacrylsäuremethylester,
400 g entmineralisiertes Wasser und
10 g Polyglykolester vorgelegt. Der Kolbeninhalt wird mit

Stickstoff gespült und danach auf 95°C aufgeheizt und mit einer Lösung von

0,2 g Kaliumperoxodisulfat in
10 g entmineralisiertem Wasser aktiviert. Nach Anspringen
5 der Reaktion wird eine halbe Stunde gerührt und danach werden innerhalb einer Stunde bei 95°C Innen-temperatur folgende Lösungen gleichmäßig zudosiert:

- 10 1) Eine Lösung von 0,4 g Kaliumperoxodisulfat in
100 g Wasser und
2) eine Lösung von 0,2 g Triäthanolamin in 80 g Wasser.

Man lässt nach beendetem Zulauf noch 2 Stunden bei 95°C nachröhren.

15 Es wird eine Polymeremulsion erhalten, die praktisch frei von grobem und feinem Koagulat ist. Der Umsatz der Monomeren beträgt 95 %.

20 Beispiel 11

In einem Zweiliter-Dreihalskolben mit Rührer und Rückfluß-kühler werden

200 g Styrol,
25 400 g entmineralisiertes Wasser,
8 g Polyglykolester und
30 2 g eines geradkettigen C₁₂-C₁₈-Alkylsulfonsäureäthanol-amidgemisches vorgelegt. Der Kolbeninhalt wird mit Stickstoff gespült und danach auf 95°C aufgeheizt und mit einer Lösung von 0,2 g Kaliumperoxodisulfat in 10 g entmineralisiertem Wasser aktiviert. Nach Anspringen der Reaktion wird eine halbe Stunde gerührt und danach werden innerhalb einer Stunde bei 95°C

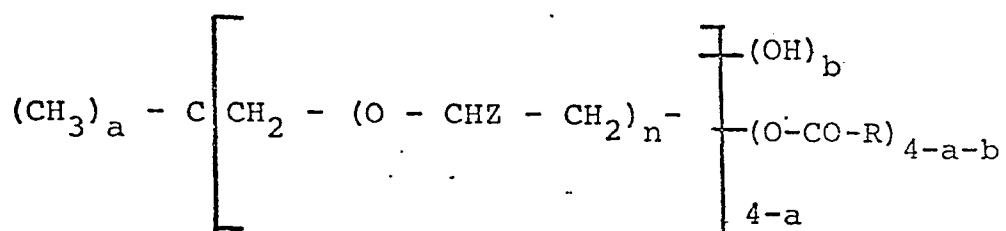
Innentemperatur folgende Lösungen gleichmäßig zudosiert:

- 1) Eine Lösung von 0,4 g Kaliumperoxodisulfat in
5 100 g Wasser und
 - 2) eine Lösung von 0,2 g Triäthanolamin in 80 g Wasser.
Man läßt nach beendetem Zulauf noch 2 Stunden bei 95°C
nachröhren.
- Es wird eine Polymeremulsion erhalten, die frei von
10 groben oder feinen Auscheidungen ist, der Monomerenum-
satz beträgt 100 %.

Patentansprüche

1. Verbindungen der Formel

5



10

in welcher R ein offenkettiger aliphatischer Rest mit 9 bis 19 C-Atomen ist; Z für Wasserstoff und Methyl steht, wobei das Verhältnis H : CH₃ 2 : 1 bis 4 : 1 beträgt;

15

a Null oder 1 ist,

b 1 bis 1,5 ist, und

(4-a)·n 150 bis 300 beträgt.

20

2. Verbindungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R-CO- den Acylrest einer Fettsäure mit 11 bis 17 C-Atomen im Rest R darstellt.

25

3. Verbindungen nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis von H : CH₃ im Rest Z 2,5 : 1 bis 3,5 : 1 beträgt.

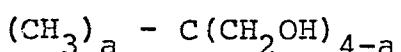
4. Verbindungen nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß (4-a)·n 200 bis 250 ist.

30

5. Verbindungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß RCO Oleyl ist; das Verhältnis von H : CH₃ im Rest Z 3 : 1 in statistischer Verteilung ist, a Null ist, n · (4-a) etwa 210 ist und b 1,1 ist.

6. Verfahren zur Herstellung der Verbindungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Verbindung der Formel

5

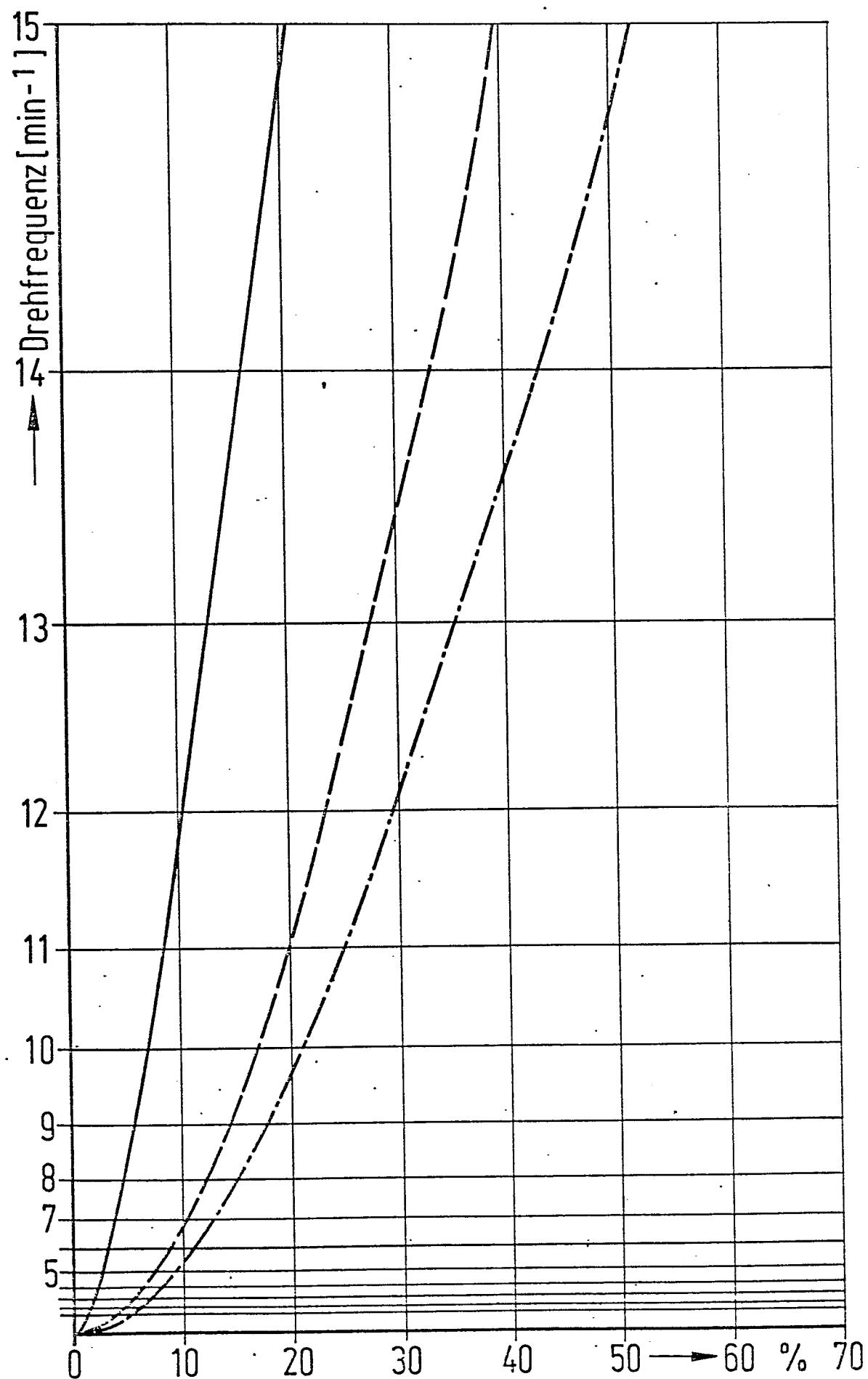


in der a Null oder 1 ist, mit einem Gemisch aus Äthylenoxid und Propylenoxid im Molverhältnis 2 : 1 bis 4 : 1 oxalkyliert und das Oxalkylat mit einem den Rest R-CO-einführenden Acylierungsmittel partiell verestert.

7. Verwendung der Verbindungen nach Anspruch 1 als oberflächenaktive Mittel.
- 15 8. Verwendung der Verbindungen nach Anspruch 7 zur Erhöhung bzw. Stabilisierung der Viskosität wässriger Systeme.
9. Verwendung der Verbindungen nach Anspruch 7 als Emulgatoren.
- 10 10. Verwendung der Verbindungen nach Anspruch 7 als Zusatz zu Druckpasten oder Klotzflotten.

0000137

1/1.



EINGESCHLÄGIGE DOKUMENTE

KLASSIFIKATION
ANMELDUNG (nach C.I.P.)

| Gesamtref. | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der gezeigtenlichen Fälle | Betrifft Anspruch |
|------------|---|----------------------|
| | <u>DE - A - 1 595 300 (B.A.S.F.)</u> * Seite 2, Absätze 2 und 3; Seite 3, Absatz 3, Patentansprüche * | 1-6 |
| | --- | |
| | <u>FR - A - 2 156 022 (MO OCH DOMSJÖE)</u> * Patentansprüche * | 1-9 |
| | --- | |
| | <u>US - A - 2 457 130 (HARVEY R.FIFE)</u> * Spalte 6, Zeile 43; Spalte 5, Zeilen 46-50; Patentansprüche * | 1-9 |
| | --- | |
| A | <u>DE - A - 2 102 899 (B.A.S.F.)</u> * Patentansprüche * | 1,10 |
| | --- | |
| A | <u>CH - A - 490 489 (AB PROLS FABRIK)</u> * Patentanspruch * | 1,7 |
| | --- | |
| A | <u>DE - A - 1 619 053 (BAYER)</u> * Seite 2, Zeilen 1-12; Patent- anspruch * | 1,10 |
| | ----- | |

BETRÄGT 1.000,-
SACHSCHAFTLICHE (C.I.P.)C CS G 05/32
C CS G 41/00
C 11 E 1/74
C 36 P 1/613
B 01 F 17/00KATEGORIE DER
GEZEIGTEN DOKUMENTE

- A: von wissenschaftlicher Bedeutung
 B: technologischer Hintergrund
 C: rechtstechnische Offenbarung
 D: Zwischenliteratur
 E: der Erfindung zugrunde
 L: bestehende Erfindungen oder
 P: Prioritätsrechte
 R: Vorfällige Anmeldung
 S: in der Anmeldung angeführtes
 T: Dokument
 U: aus anderen Gründen
 V: angeführtes Dokument
 W: Mitglied der gleichen Patent-
 X: übereinstimmendes
 Y: nicht übereinstimmendes
 Z: nicht übereinstimmendes

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.