



 12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG


 21 Anmeldenummer: 84107892.6


 Int. Cl.⁴: **C 07 C 93/18**
D 06 M 13/46


 22 Anmeldetag: 06.07.84



 30 Priorität: 13.07.83 DE 3325228



 43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
 23.01.85 Patentblatt 85/4


 84 Benannte Vertragsstaaten:
 BE CH DE FR GB IT LI NL SE



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

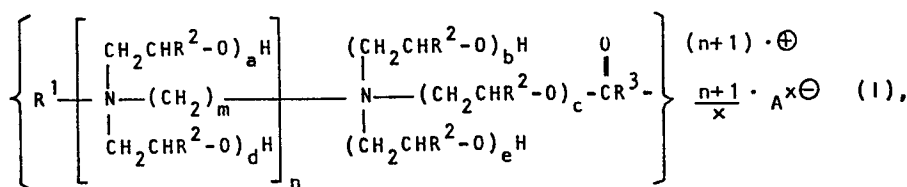

 72 Erfinder: Hofinger, Manfred, Dr.
 Kanalstrasse 3
 D-8269 Burgkirchen(DE)


 72 Erfinder: Kleber, Rolf, Dr.
 Am Trieb 41
 D-6078 Neu Isenburg(DE)


 72 Erfinder: Jaeckel, Lothar
 Ketteler Strasse 88
 D-6093 Flörsheim am Main(DE)


 54 Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung als Faserpräparationsmittel.


 57 Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen der Formel



worin

R¹ einen Alkylrest oder einen Alkenylrest,
 R² = H oder CH₃;
 R³ einen Alkylrest oder den Alkylrest einer natürlichen
 Fettsäure;

A das Anion einer Alkancarbonsäure oder einer Mono-
 hydroxyalkancarbonsäure, das Anion einer Dicarbonsäure,
 das Anion der Fumar-, Malein- oder Citronensäure, das Anion
 der Benzoesäure oder einer hydroxy- oder methylsubstituier-
 ten Benzoesäure,

bedeuten;

a, b und c eine ganze oder gebrochene Zahl von 1 bis 3;

d und e eine ganze oder gebrochene Zahl von 1 bis 3;

m = 2 oder 3 und

n = 0 oder 1 sind.

Die Verbindungen werden hergestellt aus oxalkylierten

Fettaminen oder -diaminen durch Veresterung mit einer Fett-
 säure, Salzbildung mit einer Carbonsäure und Quaternisier-
 ung mit Alkylendioxyd. Sie dienen insbesondere als Faserpräpa-
 rationsmittel, aber auch als Zusätze für Färbefäbder oder Aviv-
 agemittel für die Teppichfabrikation.

Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen,
Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung als
Faserpräparationsmittel

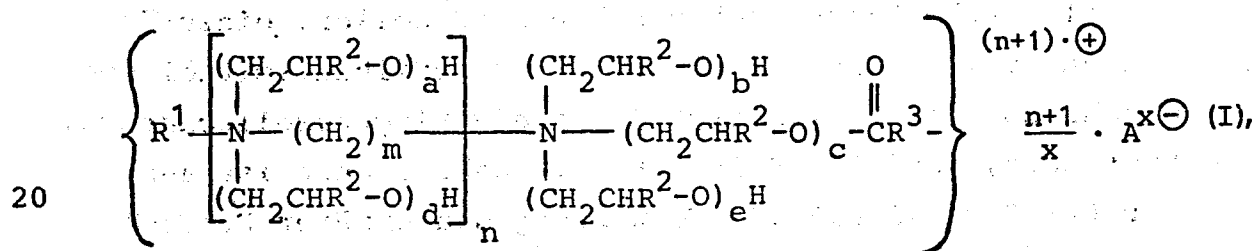
Die Erfindung betrifft neuartige quaternäre Ammoniumverbindungen, ein Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung als Faserpräparationsmittel.

- 5 Es ist seit längerem bekannt, kationische quaternäre
Ammoniumverbindungen als antistatisch wirksame Faser-
präparationsmittel, die ein besseres Gleiten von Fasern
und Filamenten über die fadenführenden Aggregate von
Textilverarbeitungsmaschinen bewirken sollen, einzu-
10 setzen (vgl. K-Lindner: "Tenside - Textilhilfsmittel -
Waschrohstoffe", Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft
Stuttgart, Band II, Seite 1618). Insbesondere ist aus
der DE-OS 23 43 659 die Verwendung quaternärer Ether-
amine als Präparationsmittel bei der Herstellung und
15 Verarbeitung nativer und synthetischer Fasern bekanntge-
worden. Diese quaternären Etheramine mit zwei langen
Alkylketten vermitteln den Fasern - neben ihrer Wirk-
samkeit als Antistatika - auch einen Weichmachungs-
effekt. Diese Etheramine können teilweise als Feststoffe
20 appliziert werden. Will man sie jedoch in die Form von
stabilen, gießbaren Dispersionen in Wasser bringen, so
gelingt dies nur bis zu einem Wirkstoffgehalt von etwa
25 %. Quaternäre Ammoniumverbindungen mit nur einem
langkettigen Alkylrest, wie sie beispielsweise in der
25 DE-OS 23 35 675 beschrieben und als Faserpräparations-
mittel empfohlen werden, lassen sich zwar in wäßrige
Dispersionen mit bis zu 50 % Wirkstoffgehalt umwandeln

und besitzen eine gute Antistatik-Wirkung, jedoch weisen solche Verbindungen einen deutlich verringerten Avivier- und Weichmachungseffekt auf.

- 5 Es besteht ein Bedürfnis nach quaternären Ammoniumverbindungen, die als Faserpräparationsmittel sowohl einen guten Antistatik- als auch einen guten Avivageeffekt aufweisen, und die entweder in flüssigem Zustand vorliegen und in diesem leicht gehandhabt und appliziert werden können oder leicht in stabile, gießbare Einstellungen in Wasser bei hohem Wirkstoffgehalt überführt werden können.

15 Zur Befriedigung dieses Bedürfnisses stellt die vorliegende Erfindung veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen der Formel



worin

- R^1 einen Alkylrest oder einen Alkenylrest mit 8 bis 23 C-Atomen,
 25 $R^2 = H$ oder CH_3 mit der Maßgabe, daß R^2 im Gesamtmolekül auch beide Bedeutungen annehmen kann;
 R^3 einen Alkylrest oder den Alkylrest einer natürlichen Fettsäure mit 8 bis 45 C-Atomen, wobei letzterer gegebenenfalls auch 1 bis 3 Mehrfachbindungen und 1 bis 3
 30 OH-Gruppen enthalten kann;
 A^- das Anion einer Alkancarbonsäure oder einer Monohydroxyalkancarbonsäure mit einem Alkylrest von 1 bis 23 C-Atomen, das Anion einer Dicarbonsäure mit 0 bis 8 Methylengruppen, wobei diese Methylengruppen 1 bis
 35 2 OH-Substituenten tragen können, das Anion der Fumar-, Malein- oder Citronensäure, das Anion der Benzoesäure

oder einer hydroxy- oder methylsubstituierten Benzoesäure, wobei die Basizität x dieser Carbonsäuren demgemäß die Werte 1, 2 oder 3 annehmen kann, bedeuten;

- 5 a , b und c eine ganze oder gebrochene Zahl von 1 bis 3;
 d und e eine ganze oder gebrochene Zahl von 1 bis 3;
 $m = 2$ oder 3 und
 $n = 0$ oder 1 sind;
 zur Verfügung.

10

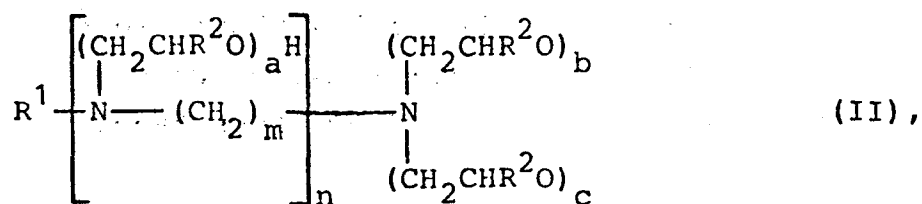
Vorzugsweise bedeuten in dieser Formel I

R^1 einen Alkylrest oder Alkenylrest mit 12 bis 23 C-Atomen;

R^2 Wasserstoff; a , b und c die Zahl 1;

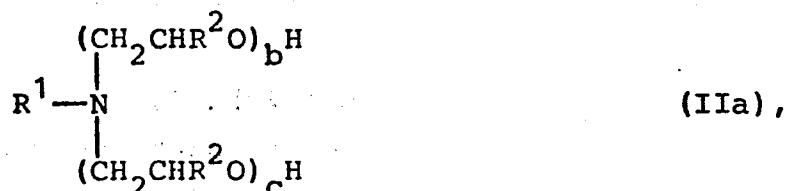
- 15 A^- das Anion einer Alkanmonocarbonsäure oder einer Monohydroxyalkanmonocarbonsäure mit 1 bis 6 C-Atomen, das Anion einer Dicarbonsäure mit 0 bis 4 Methylengruppen, wobei diese Methylengruppen 1 bis 2 OH-Substituenten tragen können, das Anion der Fumar-,
20 Malein-, Citronen-, Benzoe- oder Salicylsäure. Der Index m nimmt bevorzugt den Wert 3 an. Besonders bevorzugt bedeutet A^- das Anion der Essigsäure, Propionsäure, Milchsäure, Weinsäure, Citronensäure oder Maleinsäure. x ist die Basizität der diesen Anionen
25 zugrundeliegenden Carbonsäuren und hier - entsprechend der Art der oben definierten Carbonsäuren - gleich 1, 2 oder 3. Bei Vorliegen eines Monohydrogen- oder Dihydrogen-Anions einer Di- beziehungsweise
30 Tricarbonsäure bedeutet x die tatsächlich betätigte Basizität.

Ausgangsverbindungen für die Herstellung der Ammoniumverbindungen der Formel I sind oxalkylierte Amine oder Diamine der Formel

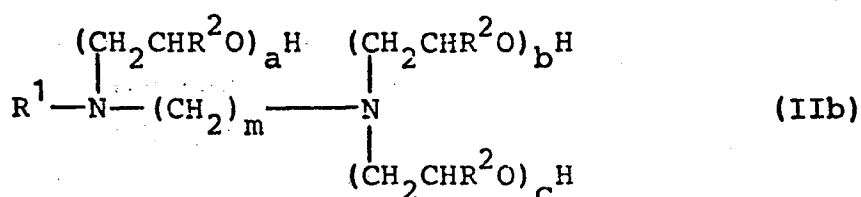


- 5 worin R^1 , R^2 , a , b , c , m und n die in der Formel I angegebene Bedeutung haben.

Die Verbindungen der Formel I für den Fall, daß $n = 0$ ist, werden erhalten, indem man eine Verbindung der
10 Formel



- 15 in der R^1 , R^2 , b und c die in Formel I angegebene Bedeutungen haben, mit einer Carbonsäure der Formel R^3COOH , worin R^3 die in Formel I angegebene Bedeutung hat, verestert und das erhaltene Reaktionsprodukt mit einer
20 Carbonsäure und einem Alkylenoxid quaternisiert. In gleicher Weise lassen sich Verbindungen der Formel



- 25 umsetzen zu Verbindungen der Formel I, in der $n = 1$ ist.

Die Herstellung der Verbindungen der Formel I geht aus
30 von den Verbindungen der Formel II. Diese werden erhalten nach bekannten Verfahren durch Oxalkylierung von primären Fettaminen oder Fettalkylalkylendiaminen,

wie zum Beispiel Talgfettpropylendiamin. Eine Übersicht über Methoden zur Herstellung dieser wohlbekannten Verbindungsklasse wird gegeben in Schönfeldt, "Surface Active Ethyleneoxide Adducts", Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart, 1976, Seiten 70 bis 73.

5 Die Veresterung dieser Verbindungen erfolgt nach bekannten Methoden mit einer Fettsäure in höhersiedenden inerten Lösungsmitteln, wie Toluol oder Xylol oder bevorzugt ohne Lösungsmittel in der Schmelze und unter

10 Abdeckung mit einem Schutzgas. Bei Veresterung in einem Lösungsmittel wählt man als Reaktionstemperatur zweckmäßigerweise die Rückflußtemperatur des Reaktionsgemisches und entfernt das gebildete Reaktionswasser azeotrop. Bei Veresterung in Substanz wird das Reaktions-

15 wasser direkt aus der Reaktionsmischung abdestilliert. Die Reaktionstemperaturen liegen hier bei 140 bis 220 °C, bevorzugt bei 150 bis 180 °C. Zur Beschleunigung der Reaktion verwendet man mit Vorteil einen sauren Katalysator, wie zum Beispiel p-Toluolsulfonsäure oder hypophosphorige Säure. Die Vollständigkeit der Reaktion

20 wird über die Bestimmung der Säurezahl kontrolliert. Das Molverhältnis von Fettsäure zu Verbindungen der Formel II beträgt konstant 1, so daß praktisch ausschließlich der Monoester resultiert.

25

Zur Salzbildung wird der entsprechende Aminoxalkylat-Fettsäureester mit einer äquivalenten Menge (entsprechend der Zahl der N-Atome) einer derjenigen Carbonsäuren umgesetzt, die den oben definierten Anionen A^- zugrundeliegen. Neben den oben bereits als bevorzugt genannten, das Anion bildenden Carbonsäuren seien noch

30 genannt: Capron-, Laurin-, Myristin-, Palmitin-, Stearinsäure, Glykolsäure, Oxal-, Bernstein-, Adipin-, Sebacin- sowie Äpfelsäure.

35 Wird im Falle eines sich von einer Di- oder Tricarbonsäure ableitenden Anions das Mono- bzw. Dihydrogenanion gewünscht, so ist die äquivalente Menge entsprechend zu bemessen.

- Gegebenenfalls wird die Reaktion in einem niederen Alkanol, wie Ethanol oder Isopropanol oder auch in Wasser durchgeführt. Die Quaternisierungsreaktion wird mit Ethylen- oder Propylenoxid oder deren Gemischen zweckmäßig bei einer Temperatur von 80 bis 95 °C in einem geeigneten Rührautoklaven vorgenommen, wobei der Reaktionsdruck im allgemeinen bis zu 3 bar beträgt. Vorzugsweise wird Ethylenoxid eingesetzt. Typische Reaktionszeiten liegen im Bereich von 5 bis 10 Stunden, wobei Quaternisierungsgrade bis zu 85 % erzielt werden. Die Quaternisierungsgrade werden durch Zweiphasentitration des quaternären Produktes der Formel I mit Natriumdodecylsulfat bei pH 1 bis 2 beziehungsweise pH 10 ermittelt.
- 15 Besonders bevorzugte Amine, die zu Ausgangsverbindungen der Formeln IIa und IIb oxalkyliert werden können, sind die technisch verfügbaren Produkte Stearyl-, Arachidyl-/Behenylamin sowie Stearyl-, Arachidyl-/Behenylpropylendiamin. Es ist aber gemäß der Erfindung ebenso-
- 20 gut möglich, andere Mono- oder Diamine mit mehr oder weniger breiter Alkylkettenverteilung, wie sie sich aus der oben erläuterten Definition oder der bevorzugten Definition von R^1 ergeben, zu verwenden. Die Diamine werden in bekannter Weise durch Anlagerung von
- 25 Acrylnitril an primäre Fettamine und anschließende katalytische Hydrierung der Propionitrile hergestellt.

- Zur Veresterung geeignete Fettsäuren sind Produkte auf natürlicher oder synthetischer Basis, wobei diese einzelne chemische Individuen sein können; häufig werden aber Gemische mit entsprechender Kettenverteilung verwendet. Solche Fettsäuren oder Fettsäuregemische sind beispielsweise Talgfettsäure, Palmölfettsäure, Sojaölfettsäure, Sonnenblumenölfettsäure, Rübölfettsäure (ge-
- 30 härtet oder nicht gehärtet), Stearinsäure, Erucasäure, Behensäure, Ölsäure, Ricinolsäure, oder verzweigt-kettige
- 35

Verbindungen aus der Oxo-Synthese, wie zum Beispiel Isostearinsäure.

Die durch die Formel I definierten erfindungsgemäßen
5 veresterten, oxalkylierten quaternären Ammoniumverbindungen sind gut thermostabile, hochgradig weichmachende und antistatisch wirksame, flotten- und substanzstabile Präparationsmittel für native und synthetische Fasern,
10 die, in flüssigem bis weichpastösem Aggregatzustand vorliegend, in Wasser dispergierbar und mit diesem bis zu hohen Wirkstoffgehalten problemlos mischbar sind. Sie können sowohl für die Filament ("Endlos")-Präparation als auch für die Präparation von Stapelfasern und speziell von Reißkabeln dienen. Diese erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I rufen keinerlei Korrosion auf den
15 fadenführenden Organen der Textilmaschinen hervor. Sie bewirken ein ideales Reibungsverhalten der so präparierten Fasern und verleihen diesen einen weichen, voluminösen, angenehmen Griff. Die zu präparierenden Fasern und Fäden sind vor allem solche aus Baumwolle, Wolle,
20 Viskose, Polyacrylnitril, Polyester, Polyamid-6 und -6,6 sowie aus Polyolefinen.

Durch die strukturellen Variationsmöglichkeiten, wie sie
25 sich aus den Definitionen der Reste der Formel I ergeben, ist es möglich, Verbindungen von flüssiger bis weichpastöser Konsistenz zu gewinnen. Beide Formen sind gut handhabbar, da sie in Wasser von Raumtemperatur ausgezeichnet dispergierbar sind. Bei bisher üblichen
30 Einstellungen von quaternären Ammoniumverbindungen, die für die Faserpräparation geeignet sind, konnten lediglich Konzentrationen von bis zu 50 Gew.-% Wirkstoffgehalt erreicht werden, während die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I flüssige Einstellungen mit 50 bis
35 zu 85 Gew.-% Wirkstoffgehalt erlauben und ein Teil

dieser Verbindungen von der Herstellung her flüssig mit bis 85 % Wirkstoffgehalt anfällt.

Die quaternären Ammoniumverbindungen der Formel I
5 enthalten keine anorganischen Salze. Sie wirken auf die Faser auch unter thermischer Belastung nicht vergilbend. Sie werden im allgemeinen in Mengen von 0,2 bis 4, vorzugsweise 0,5 bis 2 Gew.-%, bezogen auf Faser- oder Fadengewicht, eingesetzt.

10

Bei der Präparation von Polyacrylnitril-Fasern verleihen sie der Faser Weichheit, Antistatik und Glätte, setzen die statische Faser-Faser-Haftreibung herab, wobei die dynamische Faden-Metall-Gleitreibung so geregelt
15 und das Auflösungsvermögen des Acrylnitril-Faserverbandes so erhöht wird, daß ein störungsfreies Reißen auf der Reißmaschine resultiert und beim anschließenden Ver-

spinnen zu einwandfreien Laufeigenschaften führt.
Die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I
20 können auch auf die gefärbten Fasern, speziell solche aus Polyacrylnitril, nach dem Färben im letzten Spülbad appliziert oder bereits im Färbebad zugesetzt werden. Dabei ist es von Vorteil, daß diese erfindungsgemäßen Verbindungen auch in sauren Färb-
25 bädern bis herunter zu pH 4 und in alkalischen Färb- bädern bis hinauf zu pH 9 haltbar sind und ihre weichmachende Wirkung voll entfalten. Der Einsatz eines zusätzlichen Antistatikums kann hierbei entfallen, da die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I auch in
30 solchen Bädern ausreichend antistatisch wirken.

Schließlich können die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I auch als Endavivage vor der Kräuselkammer auf die Faser aufgebracht werden, um der geschnittenen

Flocke ein gutes Auflösungsvermögen beziehungsweise eine gute Öffnungswilligkeit zu verschaffen, was speziell bei Acryl-Woll-Typen für die Teppichfabrikation von Bedeutung ist. Hier beträgt die Präparationsauflage
 5 0,05 bis 1,5, vorzugsweise 0,15 bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf das Fasergewicht.

Außer den erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I können solche Präparations- und Avivagemittel noch übliche Zusätze, wie nicht-ionische oder andere kationische Mittel, Mineral- oder Esteröle, Emulgatoren, wie
 10 zum Beispiel Fettalkohol-Oxalkylate, enthalten.

Folgende Beispiele sollen die Erfindung verdeutlichen:

15 Beispiel 1

a) Herstellung von N-C₁₆/C₁₈-alkyl-N,N-di(2-hydroxyethyl)-amino-mono-stearinsäureester:

In einem 2-l-Rührkolben, versehen mit Wasserabscheider, Gaseinleitung und Heizung, werden 454 g (1,3 mol)
 20 N-C₁₆/C₁₈-alkyl-N,N-di(2-hydroxyethyl)-amin, 351 g (1,3 mol) Stearinsäure und 2 g 50 %ige hypophosphorige Säure vorgelegt, unter Schutzgasatmosphäre auf 160 °C gebracht und unter kontinuierlicher Wasserabscheidung die Veresterungsreaktion bei dieser Temperatur fortgesetzt. Nach 6stündiger Reaktionszeit zeigt die
 25 Restsäurezahl von 1,4 an, daß die Veresterung abgeschlossen ist und das Produkt in die Quaternisierungsstufe eingesetzt werden kann.

b) Quaternisierung von N-C₁₆/C₁₈-alkyl-N,N-di(2-hydroxyethyl)-amino-mono-stearinsäureester mit Carbonsäure und Alkylenoxid:

360 g (0,6 mol) gemäß a) hergestellter Mono-stearinsäureester wird in Gegenwart von 43 g (2,4 mol) Wasser und 60 g Isopropanol mit 75 g (0,6 mol) Milchsäure neutralisiert und mit 132 g (3,0 mol) Ethylenoxid quaternisiert. Die Reaktion ist bei einer Temperatur von 85 °C und einem maximalen Druck von 3 bar
 35

in 6 Stunden beendet. Der Quaternisierungsgrad des Produktes wird aus dem Verhältnis der sauren beziehungsweise alkalischen Zweiphasentitration mit Natriumlaurylsulfat ermittelt und beträgt 80 %.

5

Unter den in Beispiel 1 beschriebenen Reaktionsbedingungen werden die in der folgenden Tabelle I genannten Verbindungen der Formel I mit den aufgeführten Quaternisierungsgraden erhalten:

T A B E L L E I

Bei- spiel Nr.	R ¹	n	m	R ³ (verestert mit)	A ⁻	Quaternisierungs- grad (%)
2	C ₁₆ /C ₁₈ -Alkyl ¹⁾	0	-	Stearinsäure	Hydrogen- maleinat	73
3	"	0	-	Stearinsäure	Acetat	60
4	"	0	-	Rübölfettsäure, nicht gehärtet, ca. 20 % C ₂₂ -Anteil	Lactat	70
5	"	0	-	Rübölfettsäure, nicht gehärtet, ca. 40 % C ₂₂ -Anteil	Acetat	57
6	"	0	-	Erdnußölfettsäure	Lactat	84
7	"	0	-	Ölsäure	Lactat	74
8	"	0	-	Nouracid/F10 ²⁾	Lactat	72
9	"	0	-	"konjugierte Fettsäure" ³⁾	Lactat	73
10	"	1	3	Rübölfettsäure, nicht gehärtet, ca. 40 % C ₂₂ -Anteil	Lactat	73
11	"	1	3	Rübölfettsäure, nicht gehär- tet, ca. 40 % C ₂₂ -Anteil	Acetat	58
12	"	1	3	Erucasäure	Lactat	74

Fortsetzung TABELLE I

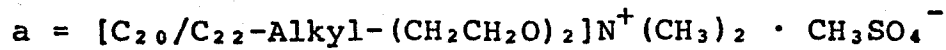
Bei- spiel Nr.	R ¹	n	m	R ³ (verestert mit)	A ⁻	Quaternisierungs- grad (%)
13	C ₁₆ /C ₁₈ -Alkyl ¹⁾	1	3	Isostearinsäure	Lactat	74
14	"	1	3	Palmölfettsäure	Lactat	70
15	"	1	3	Sojaölfettsäure	Lactat	73
16	"	1	3	Ölsäure	Lactat	70
17	"	1	3	Nouracid/F10 ²⁾	Lactat	76
18	"	1	3	Ricinolsäure	Lactat	75
19	C ₂₀ /C ₂₂ -Alkyl ⁴⁾	0	-	Rübölfettsäure gehärtet, ca. 40 % C ₂₂ -Anteil	Lactat	78
20	"	0	-	Rübölfettsäure, nicht ge- härtet, ca. 40 % C ₂₂ -Anteil	Lactat	75
21	"	0	-	Nouracid/F10 ²⁾	Lactat	80
22	C ₁₆ /C ₁₈ -Alkyl ¹⁾	0	-	Stearinsäure	Citrat	71

Fußnoten siehe nächste Seite

Fußnoten:

- 1) Gemisch gesättigter Fettsäuren (5 % C_{14} , 30 % C_{16} , 65 % C_{18}).
- 5 2) Handelsprodukt der Fa. Akzo-Chemie (30 % C_{18} -Ölsäure, 35 % C_{18} Linolsäure, 8 % C_{18} -Linolensäure, 19 % gesättigte Fettsäuren C_{12} bis C_{18} , 8 % C_{22} -Erucasäure).
- 10 3) Edenor UKD, Handelsprodukt der Fa. Henkel (2 % gesättigte C_{14} -Fettsäuren, 6 % C_{16} gesättigt, 1 % C_{18} gesättigt, 31 % C_{18} einfach ungesättigt, 60 % C_{18} zweifach ungesättigt, von letzterem sind 45 bis 52 % konjugierte Diene).
- 15 4) Gemisch gesättigter Fettsäuren (10 % C_{18} , 15 % C_{20} , 75 % C_{22}).
-

Einige der erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I,
nämlich die Substanzen aus den Beispielen 1, 3 und 13,
werden in den folgenden Vergleichsversuchen kationischen
Faserpräparationsmitteln des Standes der Technik gegen-
5 übergestellt, nämlich



(beschrieben in DE-OS 28 43 659)

10 b = Talgfett-propylendiamin, quaternisiert mit Dimethyl-
sulfat, 40 %ig in Wasser (beschrieben in DE-OS
23 35 675).

Folgende Abkürzungen werden verwendet:

PA₆ = Polyamid 6

15 PAC = Polyacrylnitril

ZW = Zellwolle

PES = Polyester (Polyethylentherephthalat).

Vergleichsbeispiel A

20 PA₆-Flocke vom Titer 1,2 dtex/40 mm, PAC-Flocke, naßge-
sponnen 3 dtex/60 mm, Zellwoll-Flocke 1,4 dtex/40 mm
sowie PA₆-Flocke 6 dtex/100 mm, gefärbt, werden mit
wäßrigen Lösungen folgender Produkte behandelt, wobei
ein Präparationsauftrag von 0,2 % Wirksubstanz, bezogen
25 auf das Fasergewicht, eingestellt wird. Nach dem Trocknen
und Ausklimatisieren wird eine Griffbeurteilung der
textilweichmachenden Wirkung vorgenommen, wobei Noten
zwischen 1 = sehr hart, stumpf knirschend und 6 = sehr
weich, sehr glatt, vergeben werden und bei den unbe-
30 handelten Standard-Flocken der Weichheitsgrad mit Note
1 festgelegt wird.

Es wird folgende Bewertung gefunden:

Substanz	PA ₆ Faser 1,2dtex/40mm	PAC 3dtex/60mm	ZW 1,4dtex/40mm	PA ₆ 6dtex/100 mm
a	3 - 4	3 - 4	4 - 5	3
b	2	3	2	2
5 Beispiel 1	5 - 6	5 - 6	5	5
Beispiel 3	4	5	5	4

Vergleichsbeispiel B

10 PA₆-Filament, dtex 220f40, sowie experimentell gesponnenes
PAC-Filament, dtex 300f100 werden mit wäßrigen Lösungen
folgender Produkte im Tauchwalzenverfahren über Galette
behandelt, wobei eine Präparationsauflage von 0,7 % Wirk-
substanz, bezogen auf das Fasergewicht, eingestellt wird.
15 Die präparierten Fäden werden analog DE-OS 23 35 675 auf
ihre dynamische Reibung und analog DE-PS 25 18 124 auf
ihre statische Reibung (als Maß für die Bandhaftung und
das Auflösungsvermögen) gemessen.

	Substanz	dynamische Faden/Metall- Gleitreibung	statische Faden/Faden-Haft- reibung		
20		PA ₆	PAC	PA ₆	PAC
	a	0,285-0,330	0,220-0,260	4	5
	b	0,415-0,500	0,400-0,520	10	12
	Beisp.1	0,300-0,375	0,225-0,280	3	1
25	Beisp.3	0,320-0,395	0,220-0,275	6	3

Vergleichsbeispiel C

PA₆-Flocke, 1,2 dtex/40 mm, PAC-Flocke, 3 dtex/60 mm
und PES-Flocke, 1,4 dtex/40 mm, werden gemäß Vergleichs-
30 beispiel A mit wäßrigen Lösungen folgender Produkte be-
handelt (Auflage 0,2 %). An den getrockneten und klimati-
sierten Fasern werden folgende Leitfähigkeitswerte mit
einem Textometer der Firma Mahlo GmbH, Saal/Donau, ge-
messen in Skalenteilen, ermittelt (hohe Werte zeigen
35 hohe antistatische Wirkung an):

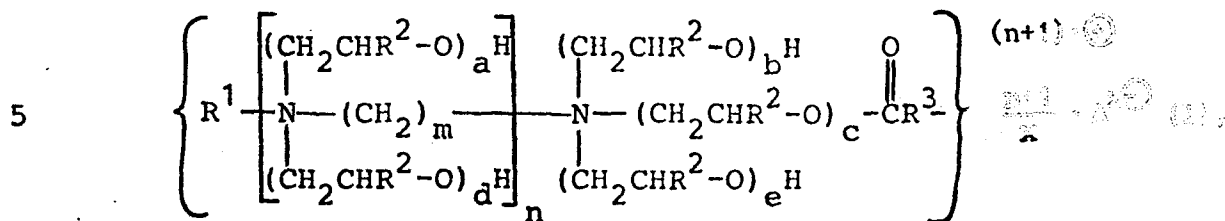
	Substanz	PA ₆	PAC	PES
	a	43	65	70
	Beispiel 1	43	65	69
5	Beispiel 3	50	72	75
	Beispiel 13	56	71	82

Vergleichsbeispiel D

Ein PAC-Reißkabel, gefärbt, Gesamttiter 800 000 dtex,
 10 wird mit einer wäßrigen Lösung folgender Produkte be-
 handelt, wobei der Präparationsauftrag auf einer Lisseux
 durch Foulardieren erfolgt und auf 0,5 % wirksame Substanz
 eingestellt wird. Die Kabel werden nach dem Trocknen auf
 einer Seydel-Reißmaschine gerissen, wonach folgende Reiß-
 15 effekte beobachtet werden: Das mit dem pastösen Vergleichs-
 produkt b) ausgerüstete Kabel zeigt zwar ein gutes Lauf-
 verhalten, das aus den gerissenen Fasern erstellte Stapel-
 diagramm ist jedoch aufgrund von Kolonnenrissen und vor-
 20 handenen Langfasern ungleichmäßig. Vereinzelt sind auch
 Noppen und Nissen an den Fasern feststellbar. Dagegen
 zeigt das mit dem erfindungsgemäßen flüssigen Präpara-
 tionsmittel des Beispiels 13 ausgerüstete Kabel keiner-
 25 lei Noppen. Das Stapeldiagramm ist gleichmäßig. Es gibt
 keine Kolonnenrisse. Die Fasern sind hochbauschig und
 lösen sich gut voneinander.

Patentansprüche

1. Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen der Formel



worin

R^1 einen Alkylrest oder einen Alkenylrest mit 8 bis 23 C-Atomen,

$R^2 = H$ oder CH_3 mit der Maßgabe, daß R^2 im Gesamtmolekül auch beide Bedeutungen annehmen kann;

R^3 einen Alkylrest oder den Alkylrest einer natürlichen Fettsäure mit 8 bis 45 C-Atomen, wobei letzterer gegebenenfalls auch 1 bis 3 Mehrfachbindungen und 1 bis 3 OH-Gruppen enthalten kann;

A^- das Anion einer Alkancarbonsäure oder einer Monohydroxyalkancarbonsäure mit einem Alkylrest von 1 bis 23 C-Atomen, das Anion einer Dicarbonsäure mit 0 bis 8 Methylengruppen, wobei diese Methylengruppen 1 bis 2 OH-Substituenten tragen können, das Anion der Fumar-, Malein- oder Citronensäure, das Anion der Benzoesäure oder einer hydroxy- oder methylsubstituierten Benzoesäure, wobei die Basizität x dieser Carbonsäuren demgemäß die Werte 1, 2 oder 3 annehmen kann,

bedeuten;

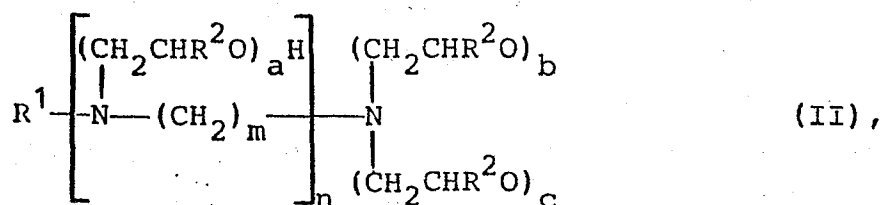
a, b und c eine ganze oder gebrochene Zahl von 1 bis 3;

d und e eine ganze oder gebrochene Zahl von 1 bis 3;

m = 2 oder 3 und

n = 0 oder 1 sind.

2. Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R^1 ein Alkylrest oder Alkenylrest mit 12 bis 23 C-Atomen ist.
3. Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß R^2 Wasserstoff ist.
4. Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß $m = 3$ ist.
5. Veresterte, oxalkylierte quaternäre Ammoniumverbindungen gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß A^- das Anion einer Alkanmonocarbonsäure oder einer Monohydroxyalkanmonocarbonsäure mit 1 bis 6 C-Atomen, das Anion einer Dicarbonsäure mit 0 bis 4 Methylengruppen, wobei diese Methylengruppen 1 bis 2 OH-Substituenten tragen können, das Anion der Fumar-, Malein-, Citronen-, Benzoe- oder Salicylsäure ist.
6. Verfahren zur Herstellung der veresterten, oxalkylierten quaternären Ammoniumverbindungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß oxalkylierte Amine der Formel



worin R^1 , R^2 , a , b , c , m und n die in der Formel I angegebene Bedeutung haben, mit einer Carbonsäure R^3COOH , worin R^3 die in Formel I angegebene Be-

deutung hat, verestert, mit einer Carbonsäure, die
das in Formel I definierte Anion A^- bildet, zur
Salzbildung umgesetzt und mit mindestens einem
Alkylenoxid aus der Gruppe Ethylen- und Propylen-
oxid quaternisiert werden.

5

7. Verwendung der veresterten, oxalkylierten quater-
nären Ammoniumverbindungen gemäß einem oder mehre-
ren der Ansprüche 1 bis 5 als Faserpräparations-
mittel.

10



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			EP 84107892.6														
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 4)														
A	EP - A1 - 0 069 948 (HOECHST) * Beispiel; Seite 4, Zeilen 22-29 *	1-4,6, 7	C 07 C 93/18 D 06 M 13/46														
A	FR - A2 - 2 365 551 (HOECHST) * Ansprüche 1,6 *	1,2,5, 7															
A	GB - A - 1 567 947 (UNILEVER LTD.) * Seite 1, Zeilen 5,6; Ansprüche 1,11; Beispiel 1*	1,2,6, 7															
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 4)														
			C 07 C 93/00														
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.																	
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	Prüfer														
VIENNA		11-10-1984	KÖRBER														
<table border="0"><tr><td>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</td><td>E . älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</td></tr><tr><td>X von besonderer Bedeutung allein betrachtet</td><td>D in der Anmeldung angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>Y von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie</td><td>L aus andern Gründen angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>A technologischer Hintergrund</td><td></td></tr><tr><td>O nichtschriftliche Offenbarung</td><td></td></tr><tr><td>P Zwischenliteratur</td><td>& Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</td></tr><tr><td>T der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</td><td></td></tr></table>				KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E . älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	X von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D in der Anmeldung angeführtes Dokument	Y von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L aus andern Gründen angeführtes Dokument	A technologischer Hintergrund		O nichtschriftliche Offenbarung		P Zwischenliteratur	& Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	T der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E . älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist																
X von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D in der Anmeldung angeführtes Dokument																
Y von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L aus andern Gründen angeführtes Dokument																
A technologischer Hintergrund																	
O nichtschriftliche Offenbarung																	
P Zwischenliteratur	& Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument																
T der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze																	