

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 538 714 A1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **92117479.3**

(51) Int. Cl.⁵: **D06M 13/17**

(22) Anmeldetag: **13.10.92**

(30) Priorität: **19.10.91 DE 4134610**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
28.04.93 Patentblatt 93/17

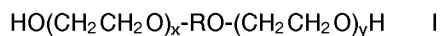
(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL PT SE

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

(72) Erfinder: **Kleber, Rolf, Dr.**
Am Trieb 41
W-6078 Neu-Isenburg(DE)
Erfinder: **Jaeckel, Lothar**
Kettelerstrasse 88
W-6093 Flörsheim/Main(DE)

(54) **Biologisch abbaubare Faserpräparationsmittel.**

(57) Die Erfindung betrifft Faserpräparationsmittel, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Verbindungen der allgemeinen Formel



worin

R für einen einfach oder mehrfach alkylsubstituierten Alkylrest mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette und mit Methyl, Ethyl, Propyl oder Isopropyl als Alkylsubstituent steht und die Summe von x und y 10 bis 20 beträgt, wobei x und y verschieden von Null sind sowie ein Verfahren zum Präparieren von Fasern.

EP 0 538 714 A1

Aus US-A-4 179 544 und US-A-4 227 390 sind Polyoxyalkylenglykole bekannt, die bei einer Wärmebehandlung von präparierten Synthefasern, wie dem Texturieren, rückstandslos verdampfen, so daß bei deren Verwendung in Faserpräparationsmitteln die Reinigungsintervalle der eingesetzten Texturiereinrichtungen zeitlich relativ lange auseinander liegen. Aus EP-B-162 530 sind sogenannte endverschlossene

Polyoxyalkylenglykole bekannt, die gute Eigenschaften als Faserpräparationsmittel besitzen und sich ebenfalls durch geringe Rückstandsbildung auf der Faser nach Erhitzungsprozessen auszeichnen.

Alle diese Verbindungen zeigen jedoch den erheblichen Nachteil, daß sie biologisch nur mäßig abbaubar sind. In den letzten Jahren werden an Faserpräparationsmittel zusätzliche Bedingungen dahingehend gestellt, daß diese Mittel im Abwasser biologisch gut abbaubar sein sollen. Diese Bedingungen zielen

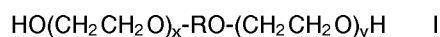
darauf ab, die in die Abwässer von Textilbetrieben beim Färben oder Vorbehandeln gelangenden Faserpräparationsmittel durch biologischen Abbau zu eliminieren. Unter dem Begriff "biologisch abbaubar" ist zu verstehen, daß die Bestandteile von Faserpräparationsmitteln, wie Gleitmittel, Tenside, Fadenschlußmittel oder auch Antistatika vollständig oder zumindest zu 70 Gew.-% auf biologischem Weg, z.B. durch die in dem Klärschlamm einer Kläranlage enthaltenen Enzyme oder Bakterien, abgebaut werden. Dabei ist es

wünschenswert, daß bei dem Abbau chemisch einfache Verbindungen, wie Kohlendioxid, Wasser, Sulfat oder Phosphat, entstehen.

Um die biologische Abbaubarkeit von chemischen Verbindungen beurteilen zu können, wurden eine Reihe von Testverfahren erarbeitet. Als geeignetes Verfahren zur Überprüfung der biologischen Abbaubarkeit von Faserpräparationsmitteln wird der "Coupled-Units-Test" (OECD-303-A-Test) genannt.

Die Bereitstellung biologisch abbaubarer Faserpräparationsmittel bereitet nach wie vor große Schwierigkeiten. Hier will die Erfindung Abhilfe schaffen.

Gegenstand der Erfindung sind Faserpräparationsmittel, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Verbindungen der allgemeinen Formel



worin

R für einen einfach oder mehrfach alkylsubstituierten Alkylenrest mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen in der Alkylenkette und mit Methyl, Ethyl, Propyl oder Isopropyl als Alkylsubstituent steht und die Summe von x und y 10 bis 20 beträgt, wobei x und y verschieden von Null sind.

Bevorzugte Bestandteile dieser biologisch abbaubaren Faserpräparationsmittel sind Verbindungen der Formel I, in denen R ein 1-Methylpropylenrest, 2-Methylpropylenrest oder ein 2,2-Dimethylpropylenrest, besonders bevorzugt ein 1-Methylethylenrest (Isopropylenrest), ist.

Die Herstellung dieser Verbindungen der Formel I erfolgt nach dem in der EP-B-166 958 beschriebenen Verfahren, indem ein Glykol mit Ethylenoxid umgesetzt wird.

Infolge ihrer unerwartet geringen Rückstandsbildung bei Erhitzungsprozessen, wie dem Texturieren, und ihrer überraschend guten biologischen Abbaubarkeit, eignen sich die Verbindungen der Formel I gut als Faserpräparationsmittel. Die Verbindungen der Formel I sind im allgemeinen wasserlöslich oder in Wasser dispergierbar. Sie können als Faserpräparationsmittel sowohl allein als auch in Mischung untereinander oder mit anderen an sich bekannten Faserpräparationsmitteln wie Tensiden, Antistatika, wie P_2O_5 -Estersalzen, Gleitmitteln, wie Esterölen oder Fadenschlußmitteln, wie ethoxylierten Rizinusölen angewendet werden, die ebenfalls biologisch abbaubar sein müssen.

Bei Verwendung einer Mischung der Verbindungen der Formel I mit bekannten Faserpräparationsmitteln soll der Anteil der Verbindungen der Formel I im Bereich von 10 bis 100 Gew.-Teilen, bezogen auf das Faserpräparationsmittel liegen. Bei der Präparation von Synthefasern mit den Verbindungen der Formel I oder deren Mischungen soll die Auflage 0,1 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,3 bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Faser betragen, wobei die Verbindungen der Formel I entsprechend den vorstehend prozentualen Angaben in dem Faserpräparationsmittel enthalten sind.

Die Faserpräparationsmittel können aus wäßriger Lösung, Dispersion oder Emulsion, gegebenenfalls unter Mitverwendung geeigneter Löse- oder Dispergiermittel, aufgebracht werden.

Da die meisten Verbindungen der Formel I gut wasserlöslich sind, bedarf es bei dem Aufbringen auf die Faser, im Gegensatz zum Mineral oder Esterölen, keiner zusätzlichen Emulgatoren.

Das Aufbringen erfolgt nach den üblichen Methoden beispielsweise durch Pflatschen, Tauchen, Sprühen, Foulardieren oder Zahnradschleifen.

Als Synthefasern, für die die Faserpräparationsmittel anzuwenden sind, kommen z.B. Fasern aus Polyestern, Polyamiden, Polyacrylnitril, Polyolefinen oder den Copolymeren der vorstehend genannten Verbindungen in Betracht.

Allgemeine Vorschrift zur Herstellung der nachfolgend genannten Acetale:

In einem mit Rührer umgestalteten Reaktionsgefäß werden die Menge von Glykol und alkalischem Katalysator vorgelegt. Nach Spülen mit Stickstoff zur Entfernung des Sauerstoffs wird auf 120 bis 125 °C erhitzt und bei dieser Temperatur unter Rühren 2 h lang unter Wasserstrahlvakuum gehalten. Nach
5 Wegnahme des Wasserstrahlvakuums wird unter Rühren auf 130 bis 140 °C erhitzt, worauf bei dieser Temperatur in einer Zeit von etwa 3 h die erforderliche Menge gasförmiges Ethylenoxid zudosiert wird. Das Ende der Ethylenoxid-Zugabe wird am abfallenden und im wesentlichen konstant bleibende Druck erkennbar. Zur Reinigung des Reaktionsproduktes von gegebenenfalls anwesenden flüchtigen Anteilen wird dieses eine halbe Stunde lang unter Rühren bei etwa 80 °C und einem Vakuum von 2 kPa gehalten.

10 In der nachstehenden Tabelle I sind die vorgelegten Glykole und alkalischen Katalysatoren sowie die bei der Reaktionstemperatur und dem Reaktionsdruck zudosierte Ethylenoxid-Menge zusammengefaßt.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tabelle I

Beispiel Nr.	Glykol		Ethylenoxid		Katalysator		Reaktionstemperatur (°C)	Reaktions-Druck (kPa)
	(g)	(mol)	(g)	(mol)	Art	(Gew.-%)		
1	1,2-Propylenglykol 76,0	1,0	510,4	11,6	NaOH	1,0	140-150	50-400
2	1,2-Propylenglykol 76,0	1,0	660,0	15,0	Na ₂ CO ₃	3,0	140-150	30-300
3	1,2-Propylenglykol 76,0	1,0	880,0	20,0	K ₂ CO ₃	2,5	140-150	50-400
4	1,2-Propylenglykol 76,0	1,0	1276,0	29,0	NaOH	2,0	120-140	50-400

Prüfung der Verstampfungsrate der Beispiele 1 bis 4:

Im Abdampftest werden jeweils 1 g der in Tabelle I aufgeführten Beispiele 1 bis 4 bei 220 °C gehalten und die Verluste nach 0,33 Stunden (20 Minuten) und 24 Stunden beurteilt. Die prozentualen Verluste der Beispiele 1 bis 4 sind Tabelle II zu entnehmen.

Tabelle II

Beispiel Nr.	Zeitdauer	
	20 Minuten	24 Stunden
1	9%	>95%
2	8%	>95%
3	7%	>95%
4	6%	>95%

Prüfung der biologischen Abbaubarkeit:

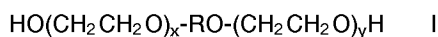
Die biologische Abbaubarkeit wird mit Hilfe des OECD 303 A-Testes ermittelt. Dabei wird die biologische Elimination [% DOC] in Abhängigkeit von der Zeit [d] (day, englisch: Tag) bestimmt. Tabelle III gibt den Höchstwert der biologischen Elimination nach 28 Tagen an.

Tabelle III

Beispiel Nr.	Biologische Elimination [%]	Zeit [d]
1	>90%	28
2	>90%	28
3	>90%	28
4	>90%	18

Patentansprüche

1. Faserpräparationsmittel, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Verbindungen der allgemeinen Formel



worin

R für einen einfach oder mehrfach alkylsubstituierten Alkylenrest mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen in der Alkylenkette und mit Methyl, Ethyl, Propyl oder Isopropyl als Alkylsubstituent steht und die Summe von x und y 10 bis 20 beträgt, wobei x und y verschieden von Null sind.

2. Faserpräparationsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Verbindungen der Formel I im Bereich von 10 bis 100 Gew.-Teilen, bezogen auf das Faserpräparationsmittel, liegt.
3. Faserpräparationsmittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als weitere Bestandteile gegebenenfalls biologisch abbaubare Antistatika, Fadenschlußmittel und/oder Gleitmittel enthalten sind.
4. Faserpräparationsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die biologische Abbaubarkeit oberhalb 90 Gew.-% liegt.
5. Verfahren zum Präparieren von Fasern, dadurch gekennzeichnet, daß die Auflage des Faserpräparationsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 4 im Bereich von 0,1 bis 1,0 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Faser, beträgt.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 11 7479

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A	EP-A-0 189 804 (BASF CORPORATION) * Ansprüche *	1-5	D06M13/17
A	US-A-4 256 589 (BOBBY C. CARVER ET AL) * das ganze Dokument *	1-5	
A	GB-A-2 109 403 (SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ BV) * das ganze Dokument *	1-5	
A	DE-C-3 936 975 (TUDAPETROL MINERALÖLERZEUGNISSE NILS HANSEN KG) * das ganze Dokument *	1-5	
A	GB-A-2 017 100 (HOECHST) * das ganze Dokument *	1-5	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			D06M C10M
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 16 DEZEMBER 1992	Prüfer BLAS V.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			