

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 538 714 B2

(12)

NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Entscheidung über den
Einspruch:

01.09.1999 Patentblatt 1999/35

(51) Int Cl.⁶: **D06M 13/17**

(45) Hinweis auf die Patenterteilung:

12.03.1997 Patentblatt 1997/11

(21) Anmeldenummer: **92117479.3**

(22) Anmeldetag: **13.10.1992**

(54) **Biologisch abbaubare Faserpräparationsmittel**

Biodegradable fibers treating agent

Agent de traitement de fibres biodégradables

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL PT SE

(30) Priorität: **19.10.1991 DE 4134610**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:

28.04.1993 Patentblatt 1993/17

(73) Patentinhaber: **Clariant GmbH**

65929 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:

- **Kleber, Rolf, Dr.**
W-6078 Neu-Isenburg (DE)
- **Jaeckel, Lothar**
W-6093 Flörsheim/Main (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A- 0 189 804	EP-B- 0 166 958
DE-C- 3 936 975	GB-A- 2 017 100
GB-A- 2 109 403	US-A- 4 256 589

EP 0 538 714 B2

Beschreibung

[0001] Aus US-A-4 179 544 und US-A-4 227 390 sind Polyoxyalkylenglykole bekannt, die bei einer Wärmebehandlung von präparierten Synthesefasern, 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.

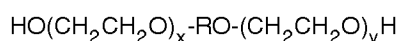
[0002] Aus EP-A- 0 189 804 sind propoxylierte Neopentylalkohole als Faserpräparationsmittel bekannt.

[0003] 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.

[0004] Die Bereitstellung biologisch abbaubarer Faserpräparationsmittel bereitet nach wie vor große Schwierigkeiten. Hier will die Erfindung Abhilfe schaffen.

[0005] Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung eines Faserpräparationsmittels, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Verbindungen der allgemeinen Formel



worin R für einen 1-Methylpropylenrest, 2-Methylpropylenrest oder einen 1-Methylethylenrest steht und die Summe von x und y 10 bis 20 beträgt, wobei x und y verschieden von Null sind, für Fasern aus Polyester, Polyamiden, Polyacrylnitril, Polyolefinen oder den Copolymeren der vorstehend genannten Verbindungen.

[0006] 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 im Bereich von 10 bis 100 Gew.-Teilen, bezogen auf das Faserpräparationsmittel liegen. Bei der Präparation von Synthesefasern 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 Dispergiertmittel, 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 Pflichten, Tauchen. Sprühen, Foulardieren oder Zahnradpumpen.

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

[0012] Allgemeine Vorschrift zur Herstellung der nachfolgend genannten Acetale:

[0013] 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 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.

[0014] In der nachstehenden Tabelle I sind die vorgelegten Glykole und alkalischen Katalysatoren sowie die bei der Reaktionstemperatur und dem Reaktionsdruck zudosierte Ethylenoxid-Menge zusammengefaßt.

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 Verstampfungsrates der Beispiele 1 bis 4:

[0015] 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:

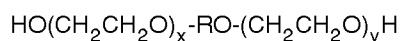
[0016] Die biologische Abbaubarkeit wird mit Hilfe des OECD 303 A-Testes ermittelt. Dabei wird die biologische Elimination [% DOC] in Abhängigkeit von der Zeit [d] (day, englisch: Tag) bestimmt. Tabelle III gibt den Höchstwert der biologischen Elimination nach 28 Tagen an.

Tabelle III

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

Patentansprüche

- Verwendung eines Faserpräparationsmittels, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Verbindungen der allgemeinen Formel

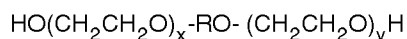


worin R für einen 1-Methylpropylenrest, 2-Methylpropylenrest oder einen 1-Methylethylenrest steht und die Summe von x und y 10 bis 20 beträgt, wobei x und y verschieden von Null sind, für Fasern aus Polyester, Polyamiden, Polyacrylnitril, Polyolefinen oder den Copolymeren der vorstehend genannten Verbindungen.

- Verwendung eines Faserpräparationsmittels nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als weitere Bestandteile biologisch abbaubare Antistatika, Fadenschlußmittel und/oder Gleitmittel enthalten sind.

Claims

- The use of a spin finish characterized by the inclusion of compounds of the formula

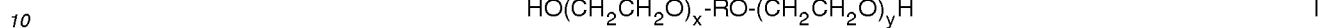


in which R is a 1-methylpropylene radical, a 2-methylpropylene radical or a 1-methylethylene radical, and the sum of x and y is 10 to 20, x and y being different from zero, for fibers composed of polyester, polyamides, polyacrylonitrile, polyolefins or copolymers thereof.

2. The use of a spin finish as claimed in claim 1, characterized in that biodegradable antistats, yarn cohesifiers and/or lubricants are present as further components.

5 **Revendications**

1. Utilisation d'un agent de traitement de fibres, caractérisé par une teneur en composés de formule générale



dans laquelle

15 R représente un radical 1-méthylpropylène, un radical 2-méthylpropylène ou un radical 1-méthyléthylène et la somme de x et y est de 10 à 20, x et y étant différents de zéro, pour des fibres en polyester, polyamides, polyacrylonitrile, polyoléfines ou en les copolymères des composés susmentionnés.

2. Utilisation d'un agent de traitement de fibres selon la revendication 1, caractérisé en ce que des agents antistatiques, des agents de clos des fils et/ou des lubrifiants sont contenus en tant que constituants supplémentaires biologiquement dégradables.

20

25

30

35

40

45

50

55