(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) EP 0 765 415 B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
30.09.1998 Patentblatt 1998/40

(21) Anmeldenummer: **95923248.9**

(22) Anmeldetag: **07.06.1995**

(51) Int Cl.[6]: **D06M 13/224**, D06M 13/252

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP95/02189

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 95/34708 (21.12.1995 Gazette 1995/54)

(54) **THERMOSTABILE TEXTILE GLÄTTEMITTEL**

THERMALLY STABLE TEXTILE SMOOTHING AGENTS

AGENTS LISSANTS THERMOSTABLES POUR TEXTILES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE ES FR GB IT LI NL

(30) Priorität: **16.06.1994 US 260852**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.04.1997 Patentblatt 1997/14

(73) Patentinhaber: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
40191 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder:
- **MATHIS, Raymond**
  D-40627 Düsseldorf (DE)
- **BIALAS, Norbert**
  D-41542 Dormagen (DE)
- **TULLER, F., Norman**
  Simpsonville, SC 29681 (US)
- **CREWS, Richard, P.**
  Simpsonville, SC 29681 (US)
- **MUDGE, Elbert, H.**
  Charlotte, NC 28213 (US)

(56) Entgegenhaltungen:
GB-A- 454 559
GB-A- 499 371
GB-A- 738 749
GB-A- 930 336

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 765 415 B1

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft thermostabile textile Glättemittel erhältlich durch Umsetzung von Polyolen mit C_{6-22}-Fettsäuren in Gegenwart geringer Mengen an speziellen Estern von Thiocarbonsäuren sowie Spinnpräparationen, die diese textilen Glättemittel enthalten.

Stand der Technik

Bei der Herstellung und Verarbeitung synthetischer Fasern werden Spinnpräparationen eingesetzt. Diese Spinnpräparationen enthalten alle sogenannte textile Glättemittel, um Reibungen zwischen Filamenten bzw. Fasern und zwischen Filamenten und Führungsorganen herabzusetzen. Als textile Glättemittel werden in zunehmendem Maße Ester eingesetzt. Die zunehmende Automatisierung der Fertigungsprozesse hat dazu geführt, daß an die textilen Glättemittel extrem hohe Anforderungen in Bezug auf ihre thermische Stabilität (Thermostabilität) gestellt werden. Diesen hohen Anforderungen können selbst die als thermisch stabil bekannten Ester ohne weitere Zusätze kaum mehr in ausreichendem Maße entsprechen.

Es ist daher vorgeschlagen worden, Antioxidantien wie butyliertes Hydroxytoluol (BHT) einzusetzen, weil derartige Verbindungen bereits in geringen bis mittleren Mengen die Thermostabilität wirksam verbessern.

Unglücklicherweise haben BHT und verwandte Antioxidantien bei den Temperaturen, die bei der Herstellung und Verarbeitung textiler Fasern auftreten, eine relativ hohe Flüchtigkeit. Dies führt dazu, daß diese Klasse von Antioxidantien sich rasch verflüchtigt und daher seinen Zweck, eine oxidative Schädigung des textilen Glättemittels zu verhindern, nur anfänglich, aber nicht für den gesamten Prozeß erfüllen kann.

Es ist weiter vorgeschlagen worden, sterisch gehinderte Phenole als Antioxidantien, z. B. das dem Fachmann bekannte handelsübliche Irganox^R 1010, deren Flüchtigkeit relativ gering ist, einzusetzen. Dieses Vorgehen ist jedoch mit dem Nachteil verbunden, daß diese Gruppe von Antioxidantien nur eine begrenzte Löslichkeit in den Estern aufweist. Daraus ergibt sich, daß die erforderliche Konzentration an gelöstem Antioxidans nicht in ausreichendem Maße erreicht werden kann.

Aus WO 91/13134 ist ein Verfahren zur Verbesserung der Löslichkeit von Antioxidantien in Glättemitteln bekannt, wobei das Antioxidans über kovalente Bindungen in ein Trägermedium eingebaut wird. Die Lehre der WO 91/13134 bezieht sich dabei in ihrer bevorzugten Ausführungsform darauf, daß sogenannte "superstable lubricants" dann erhalten werden, wenn der Anteil des kovalenten gebundenen Antioxidans in dem Trägermedium im Bereich von größer 0 bis 30 Gew.-% liegt. In den Ausführungsbeispielen beträgt der Anteil des kovalent gebundenen Antioxidans in dem Trägermedium jeweils 10 bzw. 20 Gew.-%. Als Beispiel für ein besonders geeignetes Produkt wird ein textiles Glättemittel genannt, bei dem 10 Gew.-% Irganox^R 1010 mit Pentaerythritpelargonat als Träger kovalent verbunden ist. Aus ökonomischer und ökologischer Sicht ist es jedoch wünschenswert, den Gehalt an Antioxidantien zu minimieren.

GB-A-454 449 beschreibt die Verwendung bestimmter Carbonsäuren oder Thiocarbonsäuren als Ersatz für Olsäure als Spinnöl.

GB-A-738 749 beschreibt eine Mischung aus wasserlöslichem Alkalisalz einer organischen Säure und wasserunlöslichem Fettsäureglykolester oder Fettalkoholether als Zusatz in Spinnpräparationen zur Verbesserung der Emulsionseigenschaften.

GB-A-930 336 beschreibt Ester von Polyolen und Fettsäuren in Mischung mit weiteren Bestandteilen als Spinnöle. Thiocarbonsäureester sind nicht enthalten.

GB-A-499 371 schließlich beschreibt die Zugabe bestimmter Schwefelhaltiger Verbindungen als Oxidationsverhinderer zu Glättemitteln, die ungesättigte Verbindungen enthalten.

Beschreibung der Erfindung

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, thermostabile textile Glättemittel bereitzustellen, die die genannten Nachteile des bekannten Standes der Technik vermeiden. Insbesondere war angestrebt, thermostabile textile Glättemittel zu entwickeln, die einen nur minimalen Anteil an Antioxidantien benötigen.

Diese Aufgabe wurde erfindungsgemäß gelöst durch Glättemittel, die erhältlich sind durch Umsetzung von

a) Polyolen mit
b) Fettsäuren mit 6 bis 22 C-Atomen

in Gegenwart von 0,05 bis 8 Gew.-% - bezogen auf die Summe der Komponenten a) und b) - an

c) Estern von Thiocarbonsäuren der allgemeinen Formel (I) und/oder (II)

$$R^1 - S - R^2 - COOH \quad (I)$$

$$HOOC - R^3 - S - R^4 - COOH \quad (II)$$

worin R^1 einen einwertigen Rest und R^2, R^3, R^4 gleiche oder verschiedene zweiwertige Reste von Alkanen, Cycloalkanen, Aromaten oder Alkylaromaten mit 1 bis 22 C-Atomen bedeuten.

Die Polyole a) sowie die Fettsäuren b) können gesättigt oder olefinisch ungesättigt und in Bezug auf ihr Kohlenstoffgerüst geradkettig oder verzweigt sein.

Die Reste R^1 bis R^4 können gesättigt oder olefinisch ungesättigt, geradkettig oder verzweigt sein, insoweit als es sich dabei um eine Alkyl-, Alkylen-, Cycloalkylen- oder Cycloalkylgruppe bzw. den Alkylteil einer Alkarylgruppe handelt.

Unter Polyolen werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung mehrwertige Alkohole mit mindestens 2 OH-Gruppen verstanden. Die chemische Konstitution der Polyole unterliegt dabei an sich keinen besonderen Beschränkungen, d.h. sie können geradkettig oder auch verzweigt sein. Bevorzugt sind die Polyole ausgewählt aus der von Glycerin, Trimethylolpropan, Neopentylglykol und Pentaerythrit gebildeten Gruppe.

In Bezug auf die Komponente b) sind die Fettsäuren mit 8 bis 18 C-Atomen bevorzugt, die zudem vorzugsweise gesättigt sind. Die besten Effekte werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung dann erzielt, wenn als Komponente b) Fettsäuren mit 8 bis 10 C-Atomen eingesetzt werden. Die letztgenannten Säuren sind dem Fachmann als Caprylsäure, Pelargonsäure und Caprinsäure bekannt. Diese Säuren können als Komponente b) entweder einzeln oder in Mischungen eingesetzt werden. Dabei sind Mischungen von C_8- und C_{10}-Fettsäure als sogenannte Vorlauf-Fettsäuren bekannt.

In Bezug auf die Komponente c) sind solche Ester der Thiocarbonsäuren bevorzugt, bei denen die Thiocarbonsäuren der allgemeinen Formel (I) und/oder (II) mit monofunktionellen aliphatischen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen, Neopentylglykol, Glycerin, Trimethylolpropan oder Pentaerythrit verestert sind. Bei den mehrfunktionellen Alkoholen Neopentylglykol, Glycerin, Trimethylolpropan und Pentaerythrit kann es sich um reine oder aber auch um gemischte Ester handeln. Unter "reinen" Estern werden solche Ester verstanden, in denen alle Hydroxylgruppen der mehrfunktionellen Alkohole mit einer oder mehreren Thiocarbonsäuren der allgemeinen Formel (I) und/oder (II) verestert sind. Unter "gemischten" Estern werden solche Ester verstanden, in denen wenigstens eine Hydroxylgruppe mit einer Thiocarbonsäure der allgemeinen Formel (I) oder (II) verestert ist. Die anderen Hydroxylgruppen sind dann mit Fettsäuren mit 6 bis 22 C-Atomen, wie sie im Zusammenhang mit der Komponente b) beschrieben sind, verestert. Besonders bevorzugt werden die Ester von monofunktionellen aliphatischen Alkoholen der beschriebenen Art und die "reinen" Ester des Pentaerythrits. Bei den monofunktionellen aliphatischen Alkoholen eignen sich insbesondere n- und i-Butanol, 2-Ethylhexanol, Isotridecanol, Laurylalkohol, Isostearylalkohol und/oder Oleylalkohol.

Unter den Thiocarbonsäuren der allgemeinen Formel (I) werden solche bevorzugt, in der R^1 eine Alkylgruppe mit 6 bis 18 C- Atomen und R^2 eine Alkylengruppe mit 1 oder 2 C-Atomen bedeutet. Besonders geeignete Beispiele sind β-Laurylthiopropionsäure ($C_{12}H_{25}SCH_2CH_2COOH$) und β-Octylthiopropionsäure ($C_8H_{17}SCH_2CH_2COOH$).

Unter den Thiocarbonsäuren der allgemeinen Formel (II) werden solche bevorzugt, in der R_3 und R_4 eine Alkylengruppe mit 2 C-Atomen bedeutet, d.h. die Thiodipropionsäure ($HOOCCH_2CH_2SCH_2CH_2COOH$).

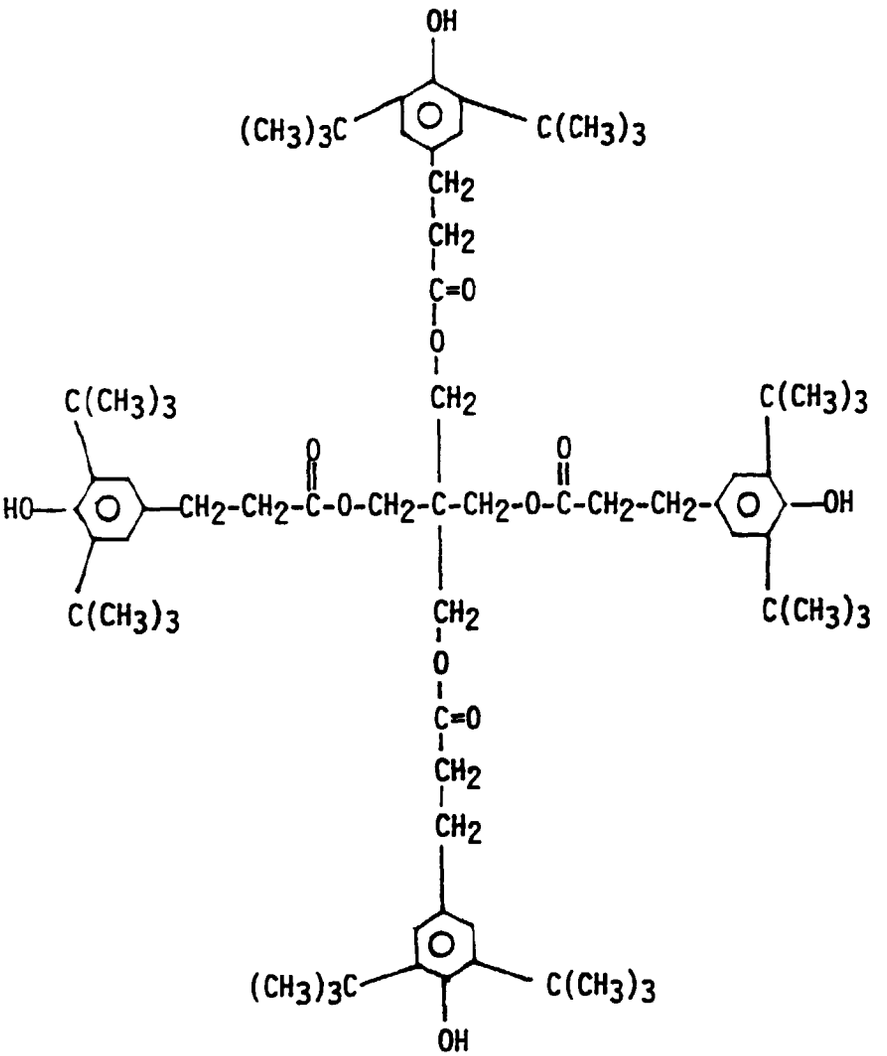
Die Ester der Thiocarbonsäure sind im Handel erhältliche Verbindungen, die aber auch leicht durch bekannte Veresterungsreaktionen zugänglich sind. Die gemischten Ester kann man leicht durch Umesterung der reinen Thiosäureester mit den beschriebenen Fettsäuren erhalten.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäßen thermostabilen textilen Glättemittel werden die Ester der Thiocarbonsäuren in einer Menge von 0,05 bis 8 Gew.-% - bezogen auf die Summe der Komponenten a) und b) - eingesetzt. Dabei ist es bevorzugt, die Ester der Thiocarbonsäuren in einer Menge von 0,5 bis 5 Gew.-%, insbesondere von 1,0 bis 3,0 Gew.-%, einzusetzen. Diese Angabe der eingesetzten Mengen beziehen sich auf die oben definierten Mengen an reinen Estern der Thiocarbonsäuren. Bei gemischten Estern der Thiocarbonsäuren sind entsprechend dem Gehalt an Thiocarbonsäuren im Ester höhere Mengen einzusetzen. Die Ester der Thiocarbonsäuren können bei der Umsetzung zwischen Polyolen a) und Fettsäuren b) von Anfang an zugegen sein oder aber auch erst während der Umsetzung zugegeben werden. Desweiteren können sie in ihrer gesamten Menge oder auch portionsweise zugegeben werden. Die Umsetzung zwischen Polyolen a) und den Fettsäuren b) erfolgt unter den für Veresterungsreaktionen üblichen Bedingungen. Die Gegenwart der Ester der Thiocarbonsäuren der allgemeinen Formel (I) und/oder (II) bewirkt zum einen eine Verbesserung der Thermostabilität und zum anderen eine Farbverbesserung der dabei erhaltenen textilen Glättemittel, da diese in ihrer Farbe heller sind als bei Herstellung ohne die Gegenwart der beschriebenen Ester der Thiocarbonsäuren.

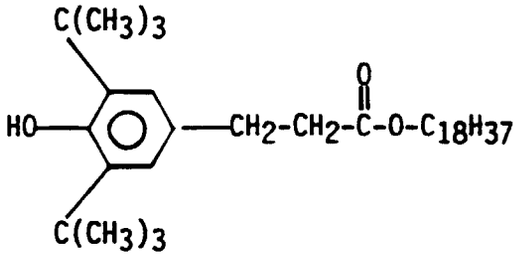
In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden den erfindungsgemäßen Mitteln zusätzlich Antioxidantien als Additiv d) zugegeben. Diese Antioxidantien werden nach der Umsetzung der Polyolen a) mit Fettsäuren b) in Gegenwart der Ester der Thiocarbonsäuren zugegeben. Als Antioxidantien eignen sich butyliertes Hydroxytoluol, Dialkyl- oder Diarylphosphonate, Trialkyl- oder Triarylphosphite, Ascorbin- oder Zitronensäure und deren Derivate und in besonderem Maße sterisch gehinderte Phenole.

Als spezielle Beispiele für erfindungsgemäß geeignete sterisch gehinderte Phenole seien die nachstehend aufgeführten Verbindungen A-1 bis A-6 genannt.

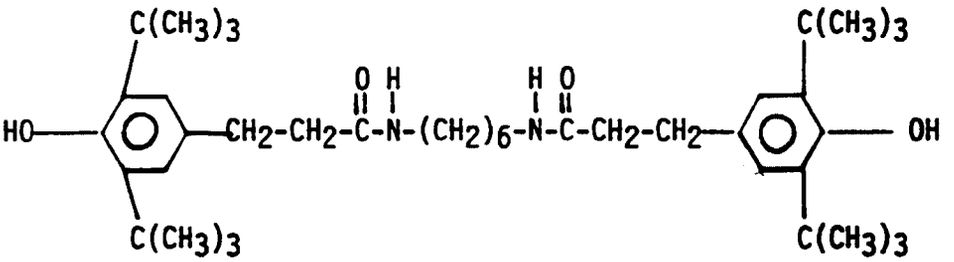
Irganox® 1010 A-1



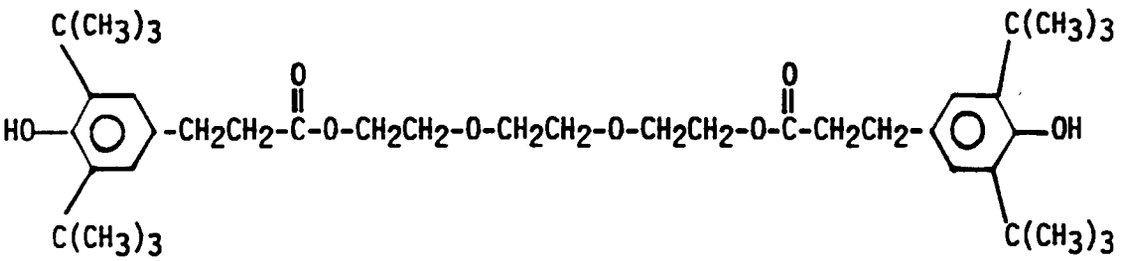
Irganox® 1076 A-2



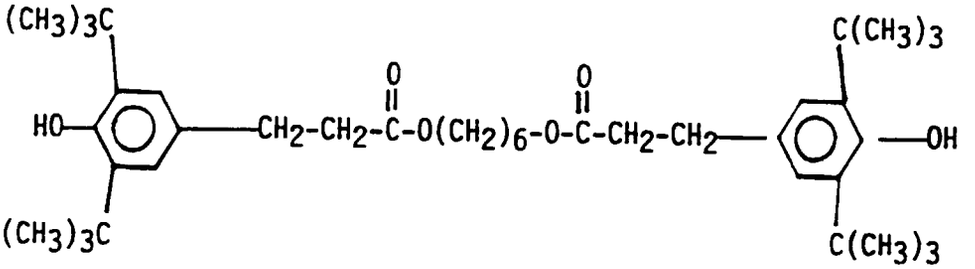
Irganox® 1098 A-3



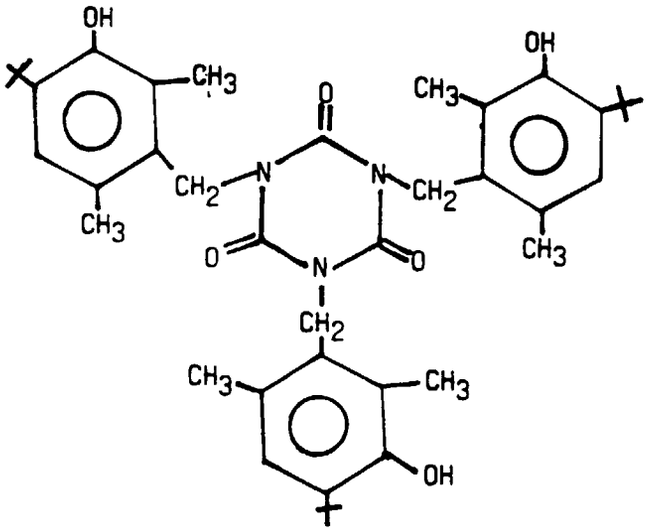
Irganox® 245 A-4



Irganox^R 259 A-5



Cyanox^R 1790 A-6



Besonders bevorzugt werden als zusätzliche Additive die sterisch gehinderten Phenole der Struktur (A-1 und/oder A-6) eingesetzt.

Durch die zusätzlichen Additive d) wird erreicht, daß die an sich schon gute Thermostabilität der erfindungsgemäßen textilen Glättemittel in synergistischer Weise weiter verbessert wird. Dies ist unter anderem daran zu erkennen, daß wesentlich geringere Mengen an den Antioxidantien d) zugesetzt werden müssen als beispielsweise in der WO 91/13134 (10 bis 20 Gew.%) beschrieben, um vergleichbare Thermostabilitäten zu erreichen. So ergeben beispielsweise schon Mengen von 1,0 Gew.% an dem sterisch gehinderten Phenol Irganox^R 1010 - bezogen auf die Komponenten a) bis c) - hervorragende Thermostabilitäten.

Generell gesehen, empfiehlt es sich im Sinne der Erfindung, die Antioxidantien d) im Verhältnis zu den Estern der Thiocarbonsäuren in einer Menge von 1:1 bis 1:4 zuzugeben. Dabei werden bei den sterisch gehinderten Phenolen besonders gute Ergebnisse erzielt, wenn die Menge der zusätzlichen Antioxidantien d) 10 bis 50 Gew.% - bezogen auf die Ester der Thiocarbonsäuren - beträgt, wobei der Bereich von 20 bis 30 Gew.-% besonders bevorzugt ist.

Die erfindungsgemäßen textilen Glättemittel, mit und ohne zusätzliche Antioxidantien d), können aufgrund ihrer hohen Thermostabilität unter anderem in Spinnpräparationen verwendet werden. Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind daher Spinnpräparationen für synthetische Filamente, dadurch gekennzeichnet, daß sie die beschriebenen thermostabilen textilen Glättemittel enthalten. Wobei die textilen Glättemittel wiederum die zusätzlichen Antioxidantien d) enthalten können. Die Spinnpräparationen enthalten dabei mindestens zu etwa 35 Gew.% die textilen Glättemittel. Weitere Bestandteile der Spinnpräparationen können Emulgatoren, Netzmittel und/oder Antistatika sowie

die aus dem Stand der Technik bekannten Hilfsmittel wie Fadenschlußmittel, pH-Wert- Regulatoren, Bakterizide und/oder Korrosionsschutzmittel sein.

Als Emulgatoren, Netzmittel und/oder Antistatika kommen anionische, kationische und/oder nichtionische Tenside in Betracht, wie Mono- und/oder Diglyceride, beispielsweise Glycerinmono- und/oder Glycerindioleat, alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte und/oder propoxylierte Fette bzw. Öle, Fettalkohole mit 8 bis 24 C-Atomen und/oder C_{8-18}-Alkylphenole, beispielsweise Anlagerungsprodukte von 25 mol Ethylenoxid an Rizinusöl und/oder Anlagerungsprodukte von 8 mol Propylenoxid und 6 Mol Ethylenoxid an C_{16-18}-Fettalkohole, gewünschtenfalls alkoxylierte C_{8-24}-Fettsäuremono- und/oder Diethanolamide, beispielsweise - gegebenenfalls ethoxyliertes - Ölsäuremono- und/oder -diethanolamid, Talgfettsäuremono- und/oder -diethanolamid und/oder Kokosfettsäuremono- und/oder -diethanolamid, Alkali- und/oder Ammoniumsalze alkoxylierter, vorzugsweise ethoxylierter und/oder propoxylierter, gegebenenfalls endgruppenverschlossener C_{8-22}-Alkyl- und/oder C_{8-22}-Alkylenalkoholsulfonate, Umsetzungsprodukte aus gegebenenfalls alkoxylierten C_{8-22}-Alkylalkoholen mit Phosphorpentoxid oder Phosphoroxychlorid in Form ihrer Alkali-, Ammonium- und/oder Aminsalze, beispielsweise Phosphorsäureester von ethoxylierten C_{12-14}-Fettalkoholen, neutralisiert mit Alkanolamin, Alkali- und/oder Ammoniumsalze von C_{8-22}-Alkylsulfosuccinaten, beispielsweise Natriumdioctylsulfosuccinat und/oder Aminoxiden, beispielsweise Dimethyldodecylaminoxid. Bei dieser beispielhaften Aufzählung ist zu berücksichtigen, daß eine Vielzahl der genannten Substanzen nicht nur eine Funktion, sondern auch mehrere Funktionen besitzen können; so kann ein Antistatikum etwa gleichzeitig als Emulgator wirken.

Weitere fakultative Bestandteile können die üblichen Hilfsstoffe sein. Als Fadenschlußmittel sind die aus dem Stand der Technik bekannten Polyacrylate, Fettsäuresarcoside und/oder Mischpolymerisate mit Maleinsäureanhydrid geeignet. Geeignete pH-Wert-Regulatoren sind C_{1-4}-Carbonsäuren und/oder C_{1-4}-Hydroxycarbonsäuren, z. B. Essigsäure und/oder Glykolsäure, Alkalihydroxide wie Kaliumhydroxid und/oder Amine wie Triethanolamid, auch die Anwesenheit von Bakteriziden und/oder Korrosionsschutzmittel ist möglich.

Die erfindungsgemäßen Spinnpräparationen lassen sich durch intensives Vermischen der erfindungsgemäßen textilen Glättemittel ggf. mit den Emulgatoren, Netzmittel, Antistatika und ggf. mit den üblichen Hilfsstoffen bei ca. 18-25 °C herstellen.

Wie in der Textilindustrie üblich, werden die Spinnpräparationen in Form ihrer wäßrigen Dispersionen auf die synthetischen Filamentfasern unmittelbar nach Austritt aus der Spinndüse appliziert. Die Spinnpräparationen, die eine Temperatur zwischen 18 und 60 °C haben, werden dabei mit Hilfe von Auftragswalzen oder Dosierpunkten über geeignete Applikatoren aufgebracht. Bevorzugt werden Spinnpräparationen in Form ihrer wäßrigen Dispersion, die einen Gesamtaktivsubstanzgehalt zwischen etwa 3 und 40 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 5 und 30 Gew.-%, aufweisen. Bezogen auf den Gesamtaktivsubstanzgehalt enthalten dabei die erfindungsgemäßen Spinnpräparationen

a) 35 bis 100 Gew.-% erfindungsgemäße textile Glättemittel,
b) 0 bis 65 Gew.-% Emulgatoren, Antistatika und/oder Netzmittel
c) 0 bis 10 Gew.-% pH-Wert-Regulatoren, Bakterizide und/oder Korrosionsschutzmittel,

wobei die Mengen so gewählt werden, daß sie sich zu 100 Gew.-% addieren.

Beispiel

A) Herstellung der erfindungsgemäßen textilen Glättemittel

AA) Pentaerythrittetrapelargonat mit 5 Gew.-% Pentaerythrittetrakisoctylthiopropionate

In einem 3-Liter Dreihalskolben versehen mit Rührer, Wasserabscheider und Stickstoffeinleitung wurden 1670 g (10,44 Mol) Pelargonsäure, 344 g (2,53 Mol) Pentaerythrit, 1 g 50 gew.-%ige Hypophosphorigesäure und 101 g Pentaerythrittetrakisoctylthiopropionat gegeben und bei 200 °C gerührt. Nachdem die Veresterung praktisch vollständig war, wurde die restliche Säure entfernt, das Produkt abgekühlt und mit 40 g Calciumsilikat behandelt. Nach Filtration erhielt man flüssiges Produkt.

AB) Pentaerythrittetrapelargonat mit 4 Gew.-% Pentaerythrittetrakisoctylthiopropionat und 1 Gew.-% Irganox^R 1010

Analog AA) wurden 1699 g Pelargonsäure, 350 g Pentaerythrit, 1 g 5 gew.-%ige Hypophosphorigesäure, 82 g Pentaerythrittetrakisoctylpropionat und 20,5 g Irganox^R 1010 umgesetzt und aufgearbeitet.

AC) Pentaerythrittetrapelargonat mit 2 Gew.-% Diisotridecylthiodipropionat und 1 Gew.-% Irganox^{R} 1010

Analog AA) wurden 1719 g Pelargonsäure, 355 g Pentaerythrit, 1 g 50 gew.-%ige Hypophosphorigesäure, 41,5 g Diisotridecylthiodipropionat und 20,7 g Irganox^{R} 1010 umgesetzt und aufgearbeitet.

B) Untersuchung der Thermostabilität

BA)

Die Thermostabilität wurde mittels Schälchentest bestimmt. Dazu wurden 3 g Substanz in ein Alu-Schälchen gegeben und dies in einem Ofen 3 Stunden einer Temperatur von 250 °C ausgesetzt. Anschließend wurde ermittelt, wieviel der Substanz (in %) noch nach der thermischen Behandlung vorhanden ist. Je höher der Wert ist, desto besser. Als Vergleich diente der reine Pentaerythritvollester der Pelargonsäure ohne jeden Zusatz an Antioxidantien (Vergleich).

Beispiel	% Rückstand
Vergleich	69,8
AA)	76,7
AB)	96,6
AC)	89,2

BB)

Die langfristige Thermostabilität wurde ermittelt nach der Thermogravic Analyses-Methode (TGA-Isotherm- Methode); mit Thermowaage TGA 951, DuPont, bei 230 °C nach 10, 13 und 16 Stunden. Auch hier wurde der Rückstand der Substanz in % nach der thermischen Behandlung angegeben. Das Ergebnis ist umso besser, je höher der Wert ist.

Beispiel	% Rückstand nach		
	10	13	16 Stunden
Vergleich	48,1	42,3	38,7
AA)	52,1	48,6	46,0
AB)	83,4	78,6	74,0
AC)	66,0	52,1	43,2.

Die Anwendungsbeispiele zeigen, daß die erfindungsgemäßen textilen Glättemittel eine höhere Thermostabilität aufweisen als der reine Ester (Vergleich), trotz nur geringer Zugaben an den Thiocarbonsäureestern. Desweiteren zeigt sich, daß die Zugabe geringster Mengen an den sterisch gehinderten Phenolen die Thermostabilität in synergistischer Weise verbessern (siehe AB) und AC)). Zusätzlich bleiben bei Einsatz der erfindungsgemäßen textilen Glättemittel die Rückstände hellfarbiger und flüssig als vergleichbare Ester ohne Zusatz der Ester der Thiocarbonsäuren.

Patentansprüche

1. Thermostabile textile Glättemittel erhältlich durch Umsetzung von

a) Polyolen mit
b) Fettsäuren mit 6 bis 22 C-Atomen

in Gegenwart von 0,05 bis 8 Gew.-% - bezogen auf die Summe der Komponenten a) und b) an

c) Ester der Thiocarbonsäuren der allgemeinen Formel (I) und/oder (II)

$$R^1 - S - R^2 - COOH \qquad (I)$$

$$HOOC - R^3 - S - R^4 - COOH \quad (II)$$

worin R^1 einen einwertigen Rest und R^2, R^3, R^4 gleiche oder verschiedene zweiwertige Reste von Alkanen, Cycloalkanen, Aromaten oder Alkylaromaten mit 1 bis 22 C-Atomen bedeuten.

2. Glättemittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyole ausgewählt sind aus der Gruppe Neopentylglykol, Glycerin, Trimethylolpropan und Pentaerythrit.

3. Glättemittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Fettsäuren 8 bis 18 C-Atome aufweisen und vorzugsweise gesättigt sind.

4. Glättemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Fettsäuren Capryl-, Pelargon- und/oder Caprinsäure sind.

5. Glättemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Thiocarbonsäuren mit aliphatischen monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen, Neopentylglykol, Glycerin, Trimethylolpropan oder Pentaerythrit verestert sind.

6. Glättemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß in der Formel (I) R^1 eine Alkylgruppe mit 6 bis 18 C-Atomen und R^2 eine Alkylengruppe mit 1 oder 2 C-Atomen bedeutet.

7. Glättemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß in der Formel (II) R^3 und R^4 eine Alkylengruppe mit 2 C-Atomen bedeutet.

8. Glättemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Ester der Thiocarbonsäure in einer Menge von 0,5 bis 5 Gew.-%, insbesondere 1 bis 3 Gew.-% - bezogen auf die Summe der Komponenten a) und b) - zugegen sind.

9. Glättemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich Antioxidantien, vorzugsweise sterisch gehinderte Phenole, als Additiv d) enthalten sind.

10. Glättemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Antioxidantien im Verhältnis zu den Estern der Thiocarbonsäuren in einer Menge von 1:1 bis 1:4 enthalten sind.

11. Spinnpräparationen für synthetische Filamente, dadurch gekennzeichnet, daß sie thermostabile textile Glättemittel nach Anspruch 1 enthalten.

Claims

1. Thermally stable textile lubricants obtainable by reaction of

   a) polyols with
   b) fatty acids containing 6 to 22 carbon atoms

   in the presence of 0.05 to 8% by weight, based on the sum of components a) and b), of

   c) esters of thiocarboxylic acids corresponding to general formula (I) and/or (II):

$$R^1 - S - R^2 - COOH \quad (I)$$

$$HOOC - R^3 - S - R^4 - COOH \quad (II)$$

   in which R^1, R^2, R^3 and R^4 may be the same or different and represent an alkyl, cycloalkyl, aryl or alkaryl group

containing 1 to 22 carbon atoms.

2. Lubricants as claimed in claim 1, characterized in that the polyols are selected from the group consisting of neopentyl glycol, glycerol, trimethylol propane and pentaerythritol.

3. Lubricants as claimed in claim 1 or 2, characterized in that the fatty acids contain 8 to 18 carbon atoms and are preferably saturated.

4. Lubricants as claimed in any of claims 1 to 3, characterized in that the fatty acids are caprylic acid, pelargonic acid and/or capric acid.

5. Lubricants as claimed in any of claims 1 to 4, characterized in that the thiocarboxylic acids are esterified with aliphatic monohydric C_{1-22} alcohols, neopentyl glycol, glycerol, trimethylol propane or pentaerythritol.

6. Lubricants as claimed in any of claims 1 to 5, characterized in that, in formula (I), R^1 is a C_{6-18} alkyl group and R^2 is a C_1 or C_2 alkyl group.

7. Lubricants as claimed in any of claims 1 to 6, characterized in that, in formula (II), R^3 and R^4 represent a C_2 alkyl group.

8. Lubricants as claimed in any of claims 1 to 7, characterized in that the thiocarboxylic acid esters are present in a quantity of 0.5 to 5% by weight and, more particulary, 1 to 3% by weight, based on the sum of components a) and b).

9. Lubricants as claimed in any of claims 1 to 8, characterized in that antioxidants, preferably sterically hindered phenols, are additionally present as an additive d).

10. Lubricants as claimed in any of claims 1 to 9, characterized in that the antioxidants are present in a quantity ratio to the thiocarboxylic acid esters of 1:1 to 1:4.

11. Spinning finishes for synthetic filaments, characterized in that they contain the thermally stable textile lubricants claimed in claim 1.

Revendications

1. Agents lissants thermostables pour textiles qu'on peut obtenir par réaction :

   a) de polyols avec
   b) des acides gras ayant de 6 à 22 atomes de carbone en présence de 0,05 à 8 % en poids, par rapport à la somme des composants a) et b) sur
   c) des esters d'acides thiocarboxyliques des formules générales (I) et/ou (II) :

$$R^1 - S - R^2 - COOH \quad (I)$$

$$HOOC - R^3 - S - R^4 - COOH \quad (II)$$

   dans lesquelles :
   R^1 représente un radical monovalent et R^2, R^3, R^4 des radicaux égaux ou différents bivalents d'alcanes, de cycloalcanes, d'aromates ou d'alkylaromates ayant de 1 à 22 atomes de C.

2. Agents lissants selon la revendication 1,
   caractérisés en ce que
   les polyols sont choisis dans le groupe du néopentylglycol, du glycérol, du triméthylolpropane et du pentaérythritol.

3. Agents lissants selon les revendications 1 ou 2,

caractérisés en ce que
les acides gras comprennent 8 à 10 atomes de carbone et sont de préférence saturés.

4. Agents lissants selon une des revendications 1 à 3,
caractérisés en ce que
les acides gras sont l'acide caprylique, l'acide pélargonique et/ou l'acide caprique.

5. Agents lissants selon une des revendications 1 à 4,
caractérisés en ce que
les acides thiocarboxyliques sont estérifiés par des alcools monofonctionnels ayant de 1 à 22 atomes de C, le glycol néopentylique, le glycérol, le triméthylolpropane ou le pentaérythritol.

6. Agents lissants selon une des revendications 1 à 5,
caractérisés en ce que
dans la formule (I) R^1 représente un groupe alkyle ayant de 6 à 18 atomes de C et R^2 un groupe alkylène ayant 1 ou 2 atomes de C.

7. Agents lissants selon une des revendications 1 à 6,
caractérisés en ce que
dans la formule (II) R^3 et R^4 représentent en groupe alkylène ayant 2 atomes de C.

8. Agents lissants selon une des revendications 1 à 7,
caractérisés en ce que
les esters de l'acide thiocarboxylique sont présents en une quantité de 0,5 à 5 % en poids, en particulier de 1 à 3 % en poids, par rapport à la somme des composants a) et b).

9. Agents lissants selon une des revendications 1 à 8,
caractérisés en ce qu'
en supplément des antioxydants, de préférence des phénols empêchés stériquement, sont contenus comme additif d).

10. Agents lissants selon une des revendications 1 à 9,
caractérisés en ce que
les antioxydants sont contenus au prorata des esters des acides thiocarboxyliques dans une quantité de 1:1 à 1:4.

11. Préparations de filage pour des filaments synthétiques,
caractérisées en ce qu'
elles contiennent des agents lissants pour textiles selon la revendication 1.