NORGE

Utlegningsskrift nr. 124886

Int. Cl. D 06 m 13/44 Kl. 8k-1/40

STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Patentsøknad nr. 530/69 Inngitt 11.2.1969
Løpedag –
Søknaden alment tilgjengelig fra 19.8.1969
Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 19.6.1972
Prioritet begjært fra: 17.2.1968 Tyskland,
nr. P 1 719 543.6

Glanzstoff AG.,
Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, Tyskland.

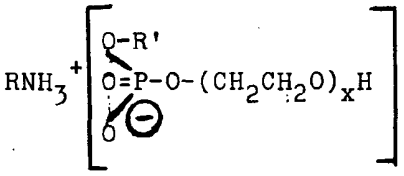
Oppfinnere: Arno Wegerhoff, Limesstr. 15, Wörth am Main,
Franz-Josef Schmitz, An der Bilz 4, Erlenbach og
Carl Macura, Am Hang 24, Klingenberg, Tyskland.

Fullmektig: Bryns Patentkontor A/S

Appreteringsfremgangsmåte for tråder, fibre og tekstiler på polyester- eller polyamid-basis.

Oppfinnelsen dreier seg om en fremgangsmåte for appretering av polyester- eller polyamid-tråder og -fibre, samt tekstiler fremstilt av disse materialer, med overtrekk av acylaminopropyldimetylammoniumdialkylfosfater som utmerker seg ved høy antielektrostatisk virkning, særlig egnet som appreterings- og bearbeidningsmiddel til forbedring av den mekaniske forarbeidbarhet for tråd- og fibermateriale og som antistatisk middel på derav fremstilte tekstiler.

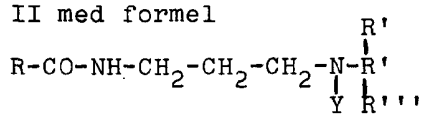
Aminsalter av polyetoksyalkylfosforsyrer med den generelle formel



I

er beskrevet som antielektrostatiske behandlingsmidler for polyetylentereftalattråder og -fibre i tysk patent nr. 1.084.231. Disse fosforsyreestersaltenes aminkomponenter består av monoaminer som f.eks. alkyl- eller alkylol-amin, og dette gjelder også de antistatisk virksomme fosforsyreesterdietanolaminsalter som er beskrevet i US patent nr. 2.742.379.

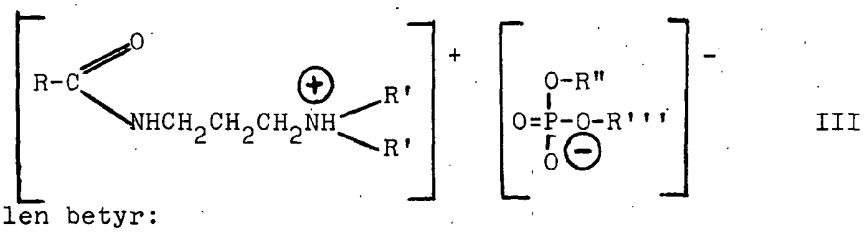
N-substituerte diaminer danner kationer for kvaternære ammoniumsalter II med formel



II

med antistatiske egenskaper ifølge US patent nr. 3.082.227.

Man fant nå at det kunne oppnås hittil ukjent appreteringsvirkninger når man for antielektrostatisk preparasjon av polyester- eller polyamidtråder eller -fibre samt derav fremstilte tekstiler, benytter acylaminopropyldimetylammoniumdialkylfosfater med den generelle formel

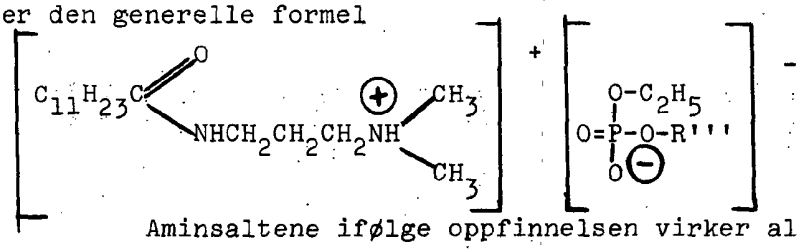


III

I formelen betyr:

R primære n-alkyler fra C_5H_{11} til $C_{17}H_{35}$
R' lavere alkylrester med opptil 3 C-atomer
R" lavere alkylrester med 2 eller 3 C-atomer
R''' alkylrester med 2 til 18 C-atomer, fortrinnsvis primære n-alkyler.

Blant disse fosforsyreesteraminsalter har f.eks. forbindelsene 1-lauramido-propyl-dimetylammonium-(3)-etyl-prim.n-alkylfosfater den generelle formel



IV

Aminsaltene ifølge oppfinnelsen virker alt etter lengden på alkylkjeden og kationet og anionet enten kationaktivt eller anionaktivt eller eventuelt både kationaktivt og anionaktivt.

Disse forbindelsenes virkning er ikke bare innskrenket til å gi dermed behandlede polyester- og polyamidtråder eller -fibre

eller -tekstiler meget gode antielektrostatiske egenskaper som vesentlig letter den mekaniske forarbeiding av trådene eller fibrene under karding og loing og eventuelt sammen med andre fibre. Dertil kommer at aminfosforsyreestersaltene ifølge oppfinnelsen også nedsetter klebe- og kontaktfriksjonen og -rivningen fibrene imellom samt overfor metall eller gummi, og således muliggjør en feilfri forarbeiding. Appreteringsmidlene i henhold til oppfinnelsen er videre usedvanlig varmebestandige og bevirker derved ingen gulning av fibermaterialet ved fiksering, eller forandring av elektriske eller mekaniske egenskaper ved denne varmebehandling.

Forbindelsenes emulgerende egenskaper muliggjør bl.a. fremstilling av bestandige emulsjoner av mineralolje i vann. Påført på ulegerte stålderler, f.eks. ved fordampning av en 1%-ig vandig oppløsning på en stålplate, forhindrer aminsaltene i henhold til oppfinnelsen rustdannelse. Således virker de dialkylfosfater som var oppført i tabell 1 på side 8 klart korrosjonsinhiberende. På dette område vil kvaternære ammoniumsalter II ifølge US patent nr. 3.082.227 som regel ikke strekke til, og dette gjelder særlig salter av sterke anorganiske syrer som befordrer rustdannelse i sterk grad.

Den antistatiske virkning er særlig utpreget for 1-lauramido-propyl-dimetylammonium-(3)-etyl-prim.n-alkyl-fosfater med ovenstående strukturformel IV, når disse aminsalter danner et tynt overflatesjikt på tråder eller fibre eller også tekstiler av polyetylentereftalat eller polyamider. Saltene er inntil R''' = prim.n-C_6H_{13} klart oppløselig i vann og ved høyere alkylrester R''' fremdeles dispergerbare i vann, slik at impregnering av de fibre eller tekstiler som skal behandles best skjer i vandig bad. Den elektrostatiske oppladning er for polyamid 6-vevnader som er behandlet under definerte forhold med vandige oppløsninger av disse fosfater, tørket og friksjonsbehandlet over rustfrie stålstifter, tydelig lavere enn for polyamid 6-sammenligningstekstiler som er forsynt med en overfaltefilm av natiumsaltet av et kopolymerisat mellom styren og maleinsyre (eks. 1). Sammenligningsproduktet er kjent som antistatisk middel for polyamider og foreligger som sådant i handelen.

Ved midlere alkulrester R''' er lauramido-propyl-dimetyl-ammonium-dialkylfosfatet IV både oppløselig i vann og i renset bensin og oppviser emulgerende egenskaper på grunn av deres overflateaktive virkning. Således danner f.eks. etyl-prim.n-heksylfosfatet V et emulgatorsystem sammen med en oleylalkohol som pr. alkoholmolekyl

inneholder 2 etylenoksydgrupper, hvormed man f.eks. kan emulgere mineraloljer i vann. Optimale emulgerende virkninger oppnås når man anvender 10 vektdeler oleylalkoholdiglykoeter IV på 13 vektdeler aminsalt V. Ved et vektforhold emulgatorsystem: mineralolje på 23:30 er en 10%-ig emulsjon transparent, med økende mineraloljeinnhold blir emulsjonene melkeaktig blakke på grunn av øket partikkelstørrelse. Ved en prøve med dobbelt etoksylert oleylalkohol, mineralolje og vann, hvor altså ammoniumfosfatet manglet, kunne man ikke oppnå noen stabil emulsjon.

De vandige emulsjoner av nevnte komponenter egnet seg særlig for bruk som appreteringsmiddel ved forarbeiding av syntesetråder og -fibre, siden stoffene ved siden av å nedsette elektrostatisk oppladning også nedsetter friksjon og beskytter stålkontaktflatene mot rust. Som midler for polyester-stapel-fiberforarbeiding viste det seg at ved siden av ammoniumdialkylfosfatet III virket blandinger av f.eks. V og IV meget godt. Tilsetningen av etoksylert oleylalkohol IV til fosforsyreestersaltet V øket flideevnen for fibre bare preparert med aminsalt V. For et prepareringsmiddel som bestod av like vektdeler V og IV er det tilstrekkelig med overtrekk som utgjør ca. 0,1% av det tørre 3 den.-polyetylentereftalat-fibermateriale for nesten fullstendig å eliminere elektrostatisk oppladning under kardingen. Ved et sammenlikningsforsøk med et handelsprodukt på basis av etoksylert stearinsyreester var den elektrostatiske oppladning ved minst 4-dobbelt overtrekk vesentlig høyere (eks. 3). Blandinger av 1 vektdel dialkylfosfat V og 1-2 vektdeler etoksylert oleylalkohol VI er også gode midler for polyesterfibre som skal rives eller forarbeides ved konvertermetoden. Slike preparasjonsmidler nedsetter friksjon og rivning fibrene imellom samt overfor metall eller gummi og muliggjør på denne måte feilfri forarbeiding f.eks. på en "Rieter"-konverter som foretas på vanlige maskiner i kamgarnspinnerier. Blandinger av fosforsyreester-aminsalter med den angitte strukturformel IV og etoksylerte oleylalkoholer VI bevirker etter en times fiksering ved 150°C på polyetylentereftalatfibre ingen gulning. Heller ikke forandres de elektriske og mekaniske egenskaper ved denne varmebehandling.

En sammenligning mellom aminsalter III av acylert 1-dimetylaminopropylamin-(3) og dialkylfosforsyrer i henhold til oppfinnelsen med de beskrevne fosforsyreesterdietanolaminsalter ifølge US patent nr. 2.742.379 viser den tydelige overlegenhet for dimetylaminopropylaminfosforsyreestersalter i forhold til de kjente dietanolaminfosforsyreestersalter i henhold til det amerikanske patent nr. 2.742.379 som antistatisk appreteringsmiddel. Fremfor alt er 1-lauramido-propyl-

dimetylammonium-(3)-etyl-prim.n-alkylfosfat IV mer virksomme ved lavere luftfuktigheter på tekstiler av polyamid- eller polyesterfibre enn sammenligningspreparatene i henhold til US patent nr. 2.742.379. Likeledes viser det seg at antistatisk virksomme aminsalter III i henhold til oppfinnelsen i forbindelse med tekstiler av polyesterfibre er mer varmebestandige enn sammenligningspreparatene.

De tertiære aminer inneholdende syreamidgruppe som trengs som mellomprodukt for fremstilling av acylerte tert.ammonium-dialkylfosfater III, kan generelt fremstilles i henhold til nedenstående forskrift ved omsetning av høyere fettsyrer med dimetylaminopropylamin:

Man oppvarmer 3,8 kg (19 mol) laurinsyre og 2,54 kg (25 mol) dimetylaminopropylamin 1 time ved 145°C, slik at blandingen koker svakt. I løpet av ytterligere 4 timer økes temperaturen langsomt til 200°C. Herved avdestilleres overskytende amin sammen med reaksjonsvannet. De siste rester dimetylaminopropylamin fjernes i vakuum, idet man i løpet av 1 time langsomt reduserer trykket til 13-15 mm. Den kjernesåpeaktige rest av 1-lauramido-propyl-dimetylamin-(3) smelter ved 33,5-35,5°C.

Dialkylfosforsyrene som brukes til nøytralisering av aminet, fremstilles f.eks. som angitt i tysk patentskrift nr. 1.084.231 for fremstilling av polyetoksyetylfosforsyrer. Man anvender ekvimolare mengder av amin og dialkylfosforsyre for nøytralisering, idet forbindelsene blandes og røres ved 50-60°C i omkring 15 minutter.

Metoden i henhold til oppfinnelsen forklares ytterligere ut fra de følgende eksempler:

Eksempel 1.

Polyamid 6-tekstilstrimler 5 x 85 cm dyppes ved romtemperatur i 0,5%-ig bad av 1-lauramido-propyl-dimetylammonium-(3)-etyl-prim.n-alkylfosfat IV (se side 3). De anvendte aminsalter skiller seg fra hverandre bare ved lengden av alkylresten R''' i fosfatanionet. Tekstilstrimlene avpresses til ca. 100% fuktighet, tørkes 20 timer i luft og opprives mot rustfrie stålstifter. Rivebevegelsene kan gjøres like ens fra forsøk til forsøk ved hjelp av egnede mekaniske innretninger. Ved 44% relativ luftfuktighet og 23°C måles de maksimale oppladninger som er oppført i tabell 1 med egnet måleinstrument (Feldmühleapparat), idet avstanden tekstil-målehode er 30 mm.

Tabell 1 inneholder ved siden av de maksimale oppladninger verdier som betegnes som forladninger før opprivningsprosessen, samt utladningstidene. I de tilfelle hvor det bare oppsto små elektrostatiske oppladninger skjedde utladningen som regel så raskt at det elekt-

riske feltets forsvinning ikke lenger kunne måles nøyaktig. I tabellene 1, 2, 4, 5 og 6 er utladningstiden betegnet med < 1 sek. ved slik hurtig feltoppløsning. Ved langsommere og tydelig målbar feltoppløsning er utladningstidene oppført målt fra avsluttet friksjonsbehandling og samtidig oppnåelse av maksimal oppladning til utladning ned til +0,5 henholdvis -0,5 kV/m eller til den angitte verdi.

For måling av overtrekksmengden benyttet man veiing av det ubehandlede og det impregnerte tekstil. For sammenligning av den antistatiske virkning benyttet man natiumsaltet av kopolymerisat mellom styrel og malinsyre. Utladningen for polyamid 6-tekstilstrimler behandlet med ammoniumdialkylfosfater IV skjedde vesentlig hurtigere enn for samme tekstiler behandlet med Na-salt av kopolymerisatet.

Tabell 1.

Maksimal oppladning og utladningsevne for polyamid 6-tekstilstrimler impregnert med aminsalter IV av 1-lauramido-propyl-dimetyl-amin-(3) og etyl-prim.n.-alkyl-fosforsyre sammenlignet med strimler preparert med kopolymerisat-Na-salt av styrol og maleinsyre:

R''' i aminsalt IV henholdsvis handelsprodukt	Overtrekk %	Forladning maks (kV/m)	Oppladning (kV/m)	Utladningstid (sek.)
prim.-n-C_4H_9	0,52	+ 0,02	- 4,0	< 1
" " C_6H_{13}	0,45	+ 0,06	- 6,0	< 1
" " C_8H_{17}	0,75	+ 0,02	- 0,4	< 1
" " $C_{10}H_{21}$	0,52	+ 0,03	- 1,5	< 1
" " $C_{12}H_{25}$	0,71	- 0,1	- 0,5	< 1
" " $C_{14}H_{29}$	0,43	+ 0,04	- 1,5	< 1
Na-salt av kopolymer av styrol + maleinsyre	0,43	- 1,2	- 9,0	- 7,3 kV/m/180 sek.

Eksempel 2.

I stedet for polyamid 6-tekstilstrimler som anvendt i eks. 1 undersøkte man virkningen med tekstiler av polyetylentereftalatfibre på samme måte som i eks. 1. Resultatene fremgår av tabell 2. Som sammenligningsprodukt tjente stearamido-propyl-dimetyl-β-hydroksyetylammonium-(3)-fosfat VII som kan fåes som antistatikum i handelen.

Som det fremgår av tabell 2 opplades tekstilstrimler behandlet med dialkylfosfater IV mindre enn tekstiler preparert med sam-

menligningsforbindelsene. Det var ingen forskjell i utladningshastighet.

Tabell 2.

Maksimal oppladning og utladningsevne for tekstiler av polyetylentereftalatfibre impregnert med aminsalter IV av 1-lauramido-propyl-dimetylamin-(3) og etyl-prim.n-alkyl-fosforsyrer sammenlignet med kvaternært ammoniumfosfat VII:

R''' i aminsalt IV henholdsvis handelsprodukt	Overtrekk %	Forladning maks (kV/m)	Oppladning (kV/m)	Utladningstid (sek.)
prim.-n-C_4H_9	0,66	- 0,04	- 0,08	< 1
" " C_6H_{13}	0,47	- 0,04	- 0,10	< 1
" " C_8H_{17}	0,49	- 0,05	- 0,08	< 1
" " $C_{10}H_{21}$	0,54	- 0,04	- 0,14	< 1
" " $C_{12}H_{25}$	0,72	- 0,04	- 0,06	< 1
" " $C_{14}H_{29}$	0,52	- 0,04	- 0,04	< 1
VII	0,70	- 0,03	- 1,4	< 1

Eksempel 3.

Som prepareringsmiddel for polyetylentereftalatfibre har det vist seg at en blanding av like vektdeler 1-lauramido-propyl-dimetylammonium-(3)-etyl-prim.n-heksyl-fosfat V og en oleylalkohol som er foetret med 2 mol etylenoksyd VI er velegnet. Polyetylentereftalatfibre (tykkelse 3,0 den. snittlengde 60 mm) behandles i vandige bad som inneholder overstående blandinger i oppløst form, 30 sek. ved 70°C. Badforholdet er 1:20, de anvendte behandlingsbadkonsentrasjoner fremgår av tabell 3. Etter sentrifugering til ca. 7% badopptak tørkes fibrene 5 minutter ved 100°C i luftstrøm og klimatisert 24 timer ved 54 til 58% relativt luftfuktighet og 22 til 24°C. Som sammenligningsforbindelse benyttet man et appreteringsmiddel i handelen beregnet for polyesterfibre på basis av etoksylerte stearinsyreestere. De preparerte fibre forarbeides på en kardemaskin og de elektrostatiske oppladninger på fibermatten målt med et feldmühle-apparat under konstante forhold. Resultatene er oppført i tabell 3 sammen med badkonsentrasjoner og de elektriske motstander som er målt på fibermassen ved 65% relativt fuktighet og 20°C. Men unntak av sammenligningsprøven er kardeevnen for fibrene brukbar i alle 3 tilfelle, idet det som kjent er en forutsetning for karding at de elektrostatiske oppladninger ligger under ca. 10.000 V/m. For å oppnå tilstrekkelig antistatisk virk-

ning måtte badkonsentrasjonen økes itl. over 6% for sammenligningsprøven. På grunn av denne større overtrykksmengde tekstilhjelpemiddel blir imidlertid forarbeidningsegenskapene for fibrene vesentlig dårligere, idet friksjonen mot metall og gummi øker.

Tabell 3.

Elektriske motstandsverdier målt på antistatbehandlende polyeteylentereftalatfibre og elektorstatiske oppladninger målt uder karding av fibermatte:

Antistatmiddel	Badkonsentrasjon (%)	Elektrisk motstand (10⁹ohm)	Elektrostatisk oppladning av fibermatte (V/m)
50% dialkylfosfat V + 50% eksetylert oleylalkohol VI	0,5	2	- 20
50% dialkylfosfat V + 50% oksetylert oleylalkoholVI	1,0	0,2	+ 20
50% dialkylfosfat V + 50% oksyetylert oleylalkohol VI	1,5	0,1	+ 20
Sammenligningsforbidnelse	6	20	- 3.000

Eksempel 4.

Sammenlignende forsøk med antistatiske preparasjonsmidler i henhold til oppfinnelsen og ifølge US patent nr. 2.742.379.

Fosforsyreester-aminsaltene III i henhold til oppfinnelsen ble fremstilt på den måte som er angitt på side 6, sammenligningsproduktene fremstilt ifølge US patent nr. 2.742.379.

Undersøkelsen av preparatenes antistatiske virkning skjedde ved forkjellige luftfuktigheter.

For undersøkelse av den antistatiske virkning benyttet man tekstilstrimer av poluetylentereftalat og polyamid 6 impregnert som beskrevet i eks. 1 med 1-lauramido-propyl-dimetyl-ammonium-(3/-etyl-prim.n-alkulfosfater IV og klimatisert etter tørking 24 timer i luft ved

20°C og 30% relativ luftfuktighet og

20°C og 65% relativ luftfuktighet.

Restene R''' i dialkylfosfatene IV's kation var n-heksyl-(1), n-oktyl-(1) og n-decyl-(1).

For bedømmelse av den antistatiske virkning benyttet man som i eks. 1 og 2 den dannede elektrostatiske oppladning ved riving mot rustfrie stålstifter under samme mekaniske forhold. Den elektor-

statiske oppladning ble målt med egnet apparat (Feldmühle-måleapparat) under de angitte klimatiske forhold, og avstanden tekstil-målehode var 30 mm.

På samme måte ble de antistatisie virkninger for forbindelser beskrevet i eks. 1, 2 og 3 i US patenter nr. 2.742.379 prøvet (i det følgende betegnet sammenligningsprodukt A, B og C). Resultatene er oppført i tabell 4 og 5 med overtrekksmengde. Overtrekksmengdene ble målt ved veiing av ubehandlet og impregnert tekstilstrimmel etter tørkning. I tabell 4 og 5 er det angitt de maskimale rivningsoppladniger sant forlandninger, dvs. elektrostatiske oppladninger til stede før rivningsprosessen, samt utladningstidene (sammenlign eks. 1).

Tabell 4.

Maksimal oppladning og utladningsevne for tekstilstrimler av polyetylentereftalat, impregnert med aminsalter IV av 1-lauramidopropyl-dimetylamin-(3) og etyl-prim.n.-alkyl-fosforsyrer, sammenlignet med sammenligningsprodukter A, B og C.

Utladningstid ved alle prøvestykker < 1 sek.

Rest/R''' i aminsalt IV henholdsvis sammenligningsprodukt	Overtrekks-mengde (%)	Klima (°C/%RF)	Elektrostatisk oppladning Forladning (kV/m)	Maks oppladning (kV/m)
prim.-n-C_6H_{13}	0,46	20/30	+ 0,02	- 4
" " C_8H_{17}	0,34	20/30	+ 0,02	- 0,5
" " $C_{10}H_{21}$	0,31	20/30	+ 0,03	- 0,1
Sammenligningsprodukt A	0,32	20/30	+ 0,04	- 15
" B	0,24	20/30	+ 0,02	- 14
" C	0,24	20/30	+ 0,02	- 8
prim.-n-C_6H_{13}	0,46	20/65	+ 0,02	+ 0,02
" " C_8H_{17}	0,34	20/65	+ 0,02	+ 0,02
" " $C_{10}H_{21}$	0,31	20/65	+ 0,02	+ 0,02
Sammenligningsprodukt A	0,32	20/65	+ 0,02	+ 0,02
" B	0,24	20/65	+ 0,02	- 0,1
" C	0,24	20/65	+ 0,03	- 0,3
prim.-n-C_6H_{13}	0,45	20/30	+ 0,03	- 0,1
" " C_8H_{17}	0,45	20/30	+ 0,03	- 0,08
" " $C_{10}H_{21}$	0,65	20/30	+ 0,04	- 0,04
Sammenligningsprodukt A	0,83	20/30	+ 0,03	± 0
" B	0,76	20/30	+ 0,04	- 0,8

Sammenligningsprodukt C	0,58	20/30	+ 0,03	- 0,3
prim.-n-C_6H_{13}	0,45	20/65	- 0,01	- 0,01
" " C_8H_{17}	0,64	20/65	- 0,01	- 0,01
" " $C_{10}H_{21}$	0,65	20/65	+ 0,02	+ 0,025
Sammenligningsprodukt A	0,83	20/65	± 0	± 0
" B	0,76	20/65	0,02	- 0,02
" C	0,58	20/65	± 0	± 0

Tabell 5.

Maksimal oppladning og utladningsevne for tekstilstrimler av polyamid 6, impregnert med aminsalter IV av 1-lauramido-propyl-dimetylamin-(3) og etyl-prim.-n-alkyl-fosforsyrer sammenlignet med sammenligningsprodukter A, B og C.

Rest/R''' i aminsalt IV og sammenligningsprodukter	Overtrekksmengde (%)	Klima (°C/% R.F.)	Elektrostatisk maks. oppladning (k/Vm)	Utladningstid ned til -0,5 kV/m (sek.)
prim.-n-C_6H_{13}	0,51	20/30	+ 0,04	- 1,3
" " C_8H_{17}	0,81	20/30	+ 0,04	- 0,2
" " $C_{10}H_{21}$	0,68	20/30	+ 0,04	- 0,2
Sammenligningsprodukt A	0,53	20/30	+ 0,03	- 12
" B	0,54	20/30	+ 0,02	- 18
" C	0,51	20/30	+ 0,05	- 16
prim.-n-C_6H_{13}	0,51	20/65	+ 0,02	+ 0,02
" " C_8H_{17}	0,81	20/65	+ 0,02	+ 0,02
" " $C_{10}H_{21}$	0,68	20/65	+ 0,2	+ 0,02
Sammenligningsprodukt A	0,53	20/65	+ 0,01	- 0,2
" B	0,54	20/65	+ 0,03	+ 1,5
" C	0,51	20/65	+ 0,02	+ 0,2

Sammenligning av den eletrostatiske virkning for aminosalter IV og sammenligningsprodukter A, B og C viser, også når man tar overtrekksmengden i betraktning, at tekstiler preparert med aminsalter IV opplades tydelig mindre enn tekstilstrimler behandlet med sammenligningsprodukter A, B og C. Ifølge tabell 4 og 5 fremgår den oppnådde forbedring av antistatisk virkning både i forbindelse med polyetylenterefralat-tekstiler og tekstiler av polyamid 6. Ved 20°C og 30% relativ fuktighet er virkningen tydeligere enn ved 20°C og 65% realtiv fuktighet. Mens aminsaltene IV ved 20°C/30% relativ fuktighet

var antistatisk mer virksomme enn sammenligningsproduktene A, B og C både på polyetylentereftalat-tekstiler og polyamid 6-tekstiler, men ikke for polyetylentereftalat-tekstiler. Som allerede nevnt sammenlignes oppladningsverdiene fra tabell 4 og 5 under hensyntagen til overtrekksmengdene.

Undersøkelse av de antistatiske preparaters varmebestandighet.

For prøving av de antistatiske midlers varmebestandighet ble tekstilstrimler av polyetylentereftalat som beskrevet i forrige avsnitt impregnert med aminsalter IV samt sammenligningsprodukter A, B og C, og etter tørking ved romtemperatur behandlet 45 minutter med varm luft av 140°C. Den fremkalte forandring av antistatisk virkning ble målt ved oppladningsforsøk av samme type som angitt i eks. 1, etter 25 timers klimatisering ved 20°C og 30% relativ fuktighet, før og etter varmluftsbehandling.

Før varmluftsbehandlingen var maksmal elektrostatisk oppladning både for aminsalter IV og sammenligningsprodukter A, B og C omtrent like store som forladningen, omkring +50 V/m, slik at oppladningsforskjeller ikke kunne fastsåles på grunn av den gode antistatiske virkning av begge typer preparasjonsmidler. Dette kommer ikke i motsetning til resultatene fra tabell 4, idet de måleverdier som er opført i tabell 4 er bestemt ut fra tekstilstrimler med overtrekk som utgjorde fra 0,2 til 0,8%, mens prøven vedrørende varmluftbestandighet er målt med tekstilstrimler som var påført overtrekk i mengder på 1% og mer. Etter varmluftbehandlingen fant man de verdier som er oppført i tabell 6.

Tabell 6.

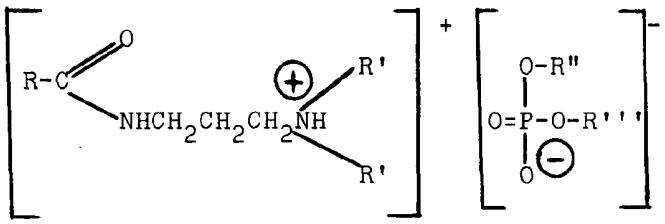
Maksimal oppladning og utladningsevne for tekstilstrimler av polyetylenterefralat, impregnert med aminsalter IV av 1-lauramido-propyl-dimetylamin-(3) og etyl-prim.n-alkyl-fosforsyrer sammenlignet med sammenligningsprodukter A, B og C, etter 45 minutter, varmluftbehandling ved 140°C, klima 20°C/30% R.F.

Rest/R''' i aminsalt IV henholdsvis sammenligningsprodukter	Overtrekk (%)	Forladning (kV/m)	Elektrostatisk oppladning Maks. oppladning (kV/m)	Utladningstid ned til -0,5 kV/m (sek.)
prim.-n-C_6H_{13}	0,91	+ 0,1	- 0,05	1
" " C_8H_{17}	1,23	+ 0,1	- 0,2	1
" " $C_{10}H_{21}$	1,04	+ 0,15	- 0,1	1
Sammenligningsprodukt A	1,66	+ 0,1	- 70	9
" B	1,07	+ 0,1	- 2,1	1
" C	1,15	+ 0,1	- 2,5	1

Av tabell 6 fremgår at den antistatiske virkning for sammenligningsprodukter A, B og C er betraktelig dårligere etter varmluftbehandling mens man for aminsalter IV bare kan se en meget liten nedsettelse av den antistatiske virkning. Herved må man ta i betraktning at prøvestykkene før varmluftbehandling alle hadde omtrent samme, gode antistatiske virkning, som allerede nevnt.

Patentkrav:

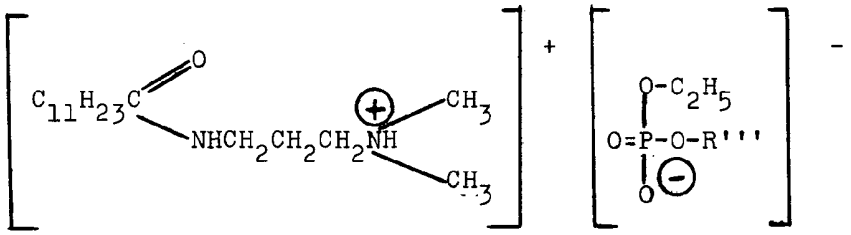
1. Fremgangsmåte for antistatisk appretering av polyester- eller polyamidtråder og -fibre samt derav fremstilte tekstiler, karakterisert ved at man som appreteringsmiddel anvender acylamino-propyl-dimetylammonium-dialkyl-fosfater med den generelle formel (III)



hvor

R betegner primære n-alkyler fra C_5H_{11} til $C_{17}H_{35}$,
R' betegner lavere alkylrester med opptil 3 C-atomer,
R" betegner lavere alkylrester med 2 eller 3 C-atomer,
R''' betegner alkylrester med 2 til 18 C-atomer, fortrinnsvis primære n-alkyler.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at man som appreteringsmiddel anvender 1-lauramido-propyl-dimetyl-ammomium-(3)-etyl-prim-n-alkylfosfater med den generelle formel (IV)



hvor R''' betegner en alkylrest med 2 til 18 C-atomer, fortrinnsvis en primær n-alkylgruppe.

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 og 2, k a r a k t e r i s e r t ved at man anvender acylamino-propyl-dimetyl-ammonium -dialkylfosfater sammen med en etoksylert oleylalkohol.

Anførte publikasjoner: -