

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:  
**09.11.83**

⑤① Int. Cl.<sup>3</sup>: **C 10 M 1/08, D 06 M 13/38,**  
**C 07 C 135/02**

②① Anmeldenummer: **81105655.5**

②② Anmeldetag: **18.07.81**

⑤④ **Präparationsmittel für Synthesefasern und deren Verwendung.**

③⑦ Priorität: **24.07.80 DE 3028016**

⑦③ Patentinhaber: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT,**  
**Postfach 80 03 20, D-6230 Frankfurt am Main 80 (DE)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**03.03.82 Patentblatt 82/9**

⑦② Erfinder: **Kleber, Rolf, Dr., Am Trieb 41,**  
**D-6078 Neu-Isenburg (DE)**  
Erfinder: **Plabst, Dieter, Dr., Hüttenbergerweg 31,**  
**D-8262 Altötting (DE)**

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**09.11.83 Patentblatt 83/45**

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:  
**CH DE FR IT LI**

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
**DE - A - 1 901 194**  
**DE - A - 2 326 966**  
**GB - A - 1 087 414**

**EP 0 046 507 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt 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).

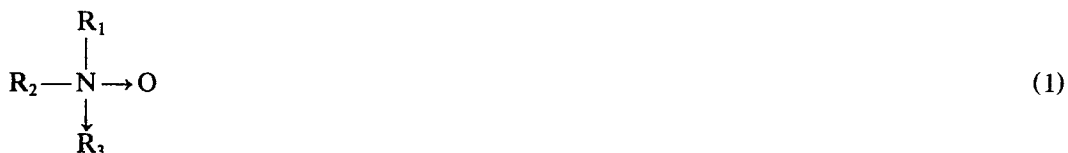
## Präparationsmittel für Synthesefasern und deren Verwendung

Aus der DE-PS 2 326 966 ist bereits bekannt, Aminoxide mit Polyethylenoxidgruppen in Präparationsmitteln für Synthesefasern einzusetzen. Im Zuge der Entwicklung neuerer Verfahren zum Texturieren von Synthesefasern wird jedoch verlangt, daß die Präparationsmittel selbst thermostabil, d. h. schwerflüchtig sind und sich außerdem bei Verstreckprozessen oder beim Strecktexturierprozeß, also bei einem kurzzeitigen Hitzekontakt, nicht zersetzen, daß aber abgeriebene oder abgestreifte bzw. abgetropfte Präparationsrückstände auf den Heizaggregaten, Verstreckgalekten, Fixiereinrichtungen, Heizern von Texturiereinrichtungen nicht zu Ver crackungen, Verkohlungen oder teerartigen Rückständen führen. Diese teerartigen Verkohlungs rückstände können in der Tat zu Beschädigungen der präparierten Fäden führen und Kapillar- bzw. Fadenbrüche bewirken. Besonders problematisch ist es, für solche Präparationsmittel nicht verkohlende Antistatika zu finden, die in Verbindung mit den anderen Bestandteilen des Präparationsmittels eine befriedigende antistatische Wirkung zeigen. Die in der DE-PS 2 326 966 beschriebenen Aminoxide sind zwar thermostabil, jedoch zeigte sich, daß sie beim längeren Einwirken von Hitze die oben erwähnten teerartigen Verkohlungs rückstände bilden.

Es stellte sich daher die Aufgabe, Antistatika zu entwickeln, die selbst thermostabil sind, sich mit den Gleitmittelkomponenten gut mischen und beim längeren Erhitzen auf hohe Temperaturen keine teerartigen Verkohlungs rückstände bilden.

Es wurde nun gefunden, daß diese Bedingungen erfüllt werden von solchen oxalkylierten Aminoxiden, die keine reine Polyethylenoxidkette enthalten, sondern eine gemischte Ethylenoxid- und Propylenoxidkette.

Gegenstand der Erfindung ist somit ein Präparationsmittel für Synthesefasern, das ein Aminoxid der Formel 1

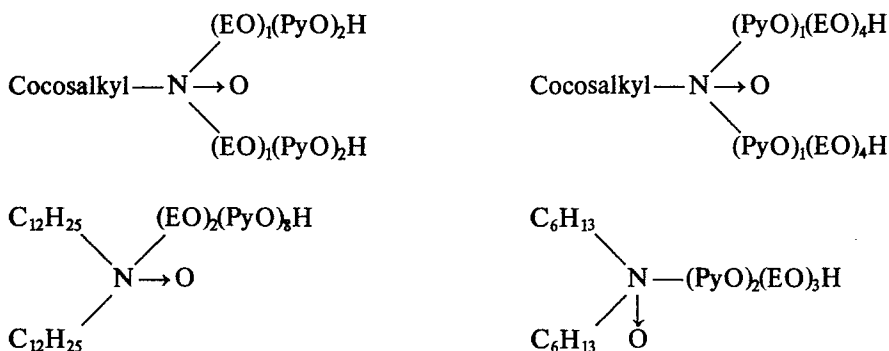


enthält, wobei  $R_1$   $C_5$ - $C_{22}$ -Alkyl, vorzugsweise  $C_{10}$ - $C_{16}$ -Alkyl oder  $C_5$ - $C_{22}$ -Alkenyl, vorzugsweise  $C_{10}$ - $C_{16}$ -Alkenyl,  $R_2$  eine Gruppe der Formel 2



$R_3$   $C_1$  sowie  $C_5$ - $C_{22}$ -Alkyl, vorzugsweise  $C_{10}$ - $C_{16}$ -Alkyl,  $C_5$ - $C_{22}$ -Alkenyl, vorzugsweise  $C_{10}$ - $C_{16}$ -Alkenyl oder eine Gruppe der Formel 2, X entweder Methyl und Y Wasserstoff oder X Wasserstoff und Y Methyl und n und m Zahlen von 1 bis 8 bedeuten, wobei die Summe von n und m nicht größer als 10 sein soll.

Die Gruppen  $R_1$ ,  $R_2$  und  $R_3$  werden innerhalb der oben angegebenen Definitionen so gewählt, daß das Aminoxid in Wasser löslich ist. Bevorzugte Aminoxide sind unter anderem



Die Herstellung dieser Aminoxide erfolgt nach bekannten Verfahren durch Oxalkylierung von Mono- oder Dialkylaminen und anschließende Oxydation etwa mit Wasserstoffperoxid. Bei der Oxalkylierung kann man so vorgehen, daß man zunächst Ethylenoxid und dann Propylenoxid addiert oder umgekehrt. Man erhält dann Produkte mit Blöcken von Oxipropylen- und Oxiethylen-Einheiten. Man kann die Amine aber auch mit einem Gemisch unterschiedlicher Zusammensetzung von Ethylenoxid und Propylenoxid oxalkylieren. Man erhält dann, wie bekannt, Verbindungen mit Polyoxialkylgruppen, in

denen die Oxipropylen- und Oxiethylen-Einheiten statistisch verteilt sind entsprechend dem Verhältnis Ethylenoxid zu Propylenoxid.

Bei den Mono- oder Di-alkylaminen können an Stelle der kettenreinen Alkylverbindungen in jedem Falle auch Verbindungen verwendet werden, deren Alkylgruppe technische Schnitte darstellen, wobei deren durchschnittliche Zahl von C-Atomen den obengeannten Alkylresten entspricht oder nahekommmt. Die sich von natürlichen langkettigen Fettsäuren ableitenden Alkylreste sind besonders bevorzugt, da die entsprechenden tertiären Amine mit einem oder zwei langkettigen Alkylresten handelsüblich und die Aminoxide somit leicht zugänglich (oder ebenfalls handelsüblich) sind. Da diese nativen Fettalkylreste vielfach mehr oder weniger große Mengen an ungesättigten Anteilen enthalten, umfaßt die Formel 1 neben den Alkylaminoxiden auch die entsprechenden Alkenylaminoxide.

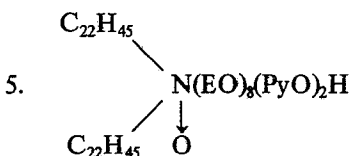
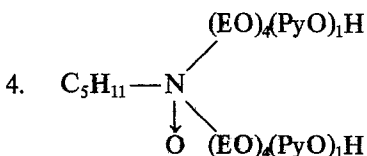
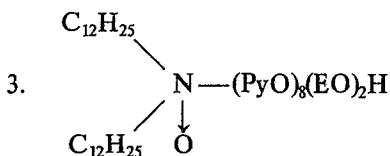
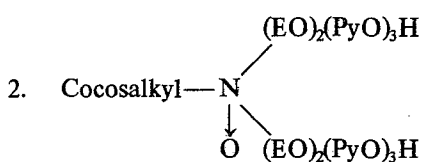
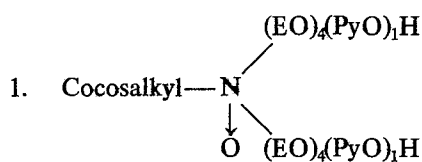
Bei den Zahlenwerten n und m handelt es sich im allgemeinen um Durchschnittswerte, da die technische Oxalkylierung generell Produktgemische ergibt. Dies gilt auch für die hier aufgeführten — der Einfachheit halber als einheitlich formulierten — Oxethylate.

Diese Aminoxide werden in Präparationsmitteln für Synthesefasern wie etwa Polyester-, Polyamid-, Polyacrylnitril- oder Polyolefinfasern eingesetzt. Solche Präparationsmittel bestehen üblicherweise aus 0–50 Gew.-% Ölen wie Esteröle oder Mineralöle, 0–60 Gew.-% Emulgator wie beispielsweise oxethylierte Fettalkohole, 0–60 Gew.-% eines Gleitmittels wie beispielsweise wasserlösliche endverschlossene Oxethylate, Ethylenoxid-Propylenoxid-Mischpolymerisate oder deren Ethern mit Fettalkoholen, 0–30 Gew.-% eines Antistatikums wie beispielsweise Ester aus  $P_2O_5$  und Fettalkoholen oder oxethylierten Fettalkoholen sowie 1 bis 50, vorzugsweise 5–20 Gew.-%, eines oder mehrerer der oben beschriebenen Aminoxide.

Die Aminoxide zeigen schon in verhältnismäßig geringer Dosierung eine hohe antistatische Wirkung. Die erforderlichen Einsatzmengen schwanken je nach Art und Menge der übrigen Komponenten (Öl, Emulgator) und lassen sich durch einfache Vorversuche leicht ermitteln. Üblicherweise werden 0,01 bis 2%, vorzugsweise 0,05 bis 1%, bezogen auf das Gewicht des Substrates, aufgebracht.

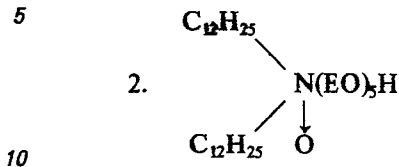
Hervorzuheben ist die geringe Flüchtigkeit dieser Verbindungen sowie eine deutlich verringerte Tendenz zur Verkohlung. Die gute Thermostabilität und die geringe Tendenz zur Verkohlung geht aus dem folgenden Test hervor, in dem jeweils 1 g einer der im folgenden beschriebenen Verbindungen auf 220°C erhitzt wurde. Dabei wurde die Flüchtigkeit in Prozent und die Vergilbung nach DIN 6162 gemessen.

#### a) Erfindungsgemäße Produkte



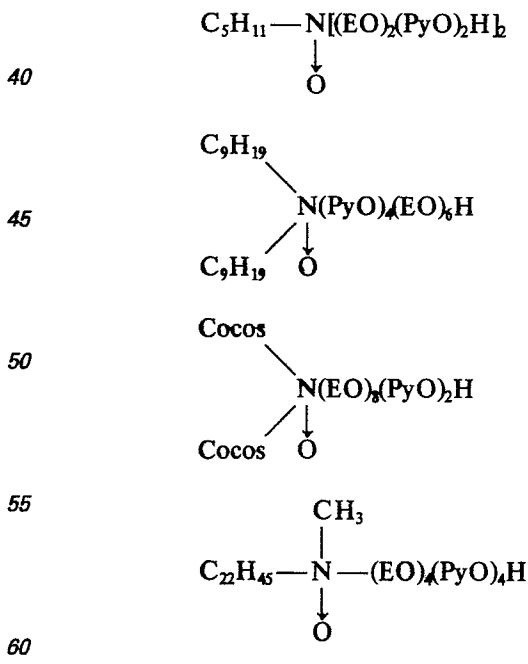
b) Vergleich nach DE-PS 2 326 966

1. Cocodimethylaminoxid



	Flüchtigkeit nach 1 h	Vergilbung	Flüchtigkeit nach 24 h	Vergilbung (Jodfarbzahl JFZ)
Erfindungsgemäß a:				
1	4%	400	91%	400
2	5%	300	93%	300
3	6%	300	94%	300
4	7%	500	97%	500
5	2%	200	90%	200
Vergleich b:				
1	11%	>1100	80%	>1100
2	10%	>1100	85%	>1100

Ähnliche gute Effekte ergeben die Verbindungen

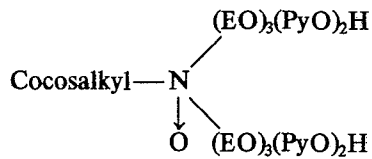


In den folgenden Beispielen sind einige erfindungsgemäße Präparationsmittel in ihrer Zusammensetzung beschrieben, die ein Aminoxid der Formel 1 enthalten. Die Prozentangaben sind Gewichtsprocente.

Beispiel 1

40% Butylstearat (Esteröl)  
 50% Oleylalkohol · 5 Ethylenoxid (EO) (Emulgator)  
 10% der Verbindung der Formel

5

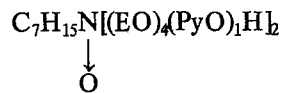


10

Beispiel 2

40% Cocosalkyl—O—(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>5</sub>CH<sub>3</sub> (Gleitmittel)  
 30% Stearylalkohol · 8 EO (Emulgator)  
 5% Kaliumsalz des P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Esters aus Laurylalkohol (Antistatikum)  
 25% der Verbindung der Formel

15

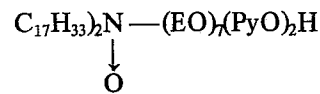


20

Beispiel 3

70% Mineralöl (Viskosität 100 mPaS bei 20° C)  
 25% i-C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>—(EO)<sub>8</sub>H (Emulgator)  
 5% der Verbindung der Formel

25

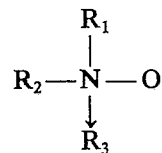


30

Patentansprüche

1. Präparationsmittel für Synthesefasern, dadurch gekennzeichnet, daß es ein Aminoxid der Formel 1

35

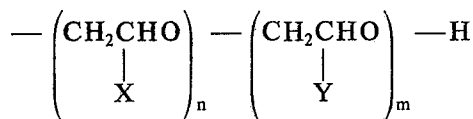


(1)

40

45

enthält, wobei R<sub>1</sub> C<sub>5</sub>—C<sub>22</sub>-Alkyl oder C<sub>5</sub>—C<sub>22</sub>-Alkenyl, R<sub>2</sub> eine Gruppe der Formel 2



(2)

50

R<sub>3</sub> C<sub>1</sub> sowie C<sub>5</sub>—C<sub>22</sub>-Alkyl, C<sub>5</sub>—C<sub>22</sub>-Alkenyl oder eine Gruppe der Formel 2, X entweder Methyl und Y Wasserstoff oder X Wasserstoff und Y Methyl und n und m Zahlen von 1 bis 8 bedeuten, wobei die Summe von n und m nicht größer als 10 sein soll.

55

2. Präparationsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es ein Aminoxid der Formel (1) enthält, worin R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> C<sub>10</sub>—C<sub>16</sub>-Alkyl oder C<sub>10</sub>—C<sub>16</sub>-Alkenyl bedeuten.

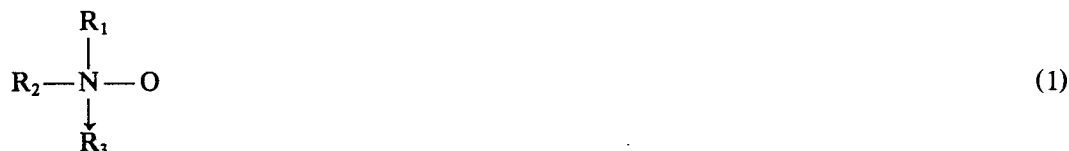
3. Verwendung des Präparationsmittels nach Anspruch 1 zum Präparieren von Synthesefasern.

60

Claims

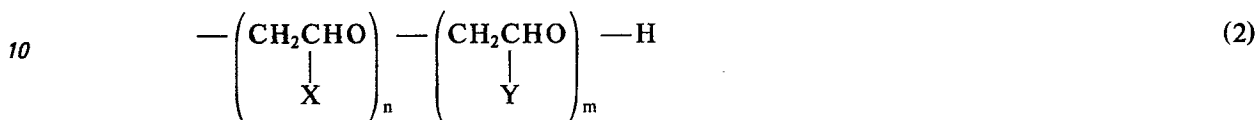
1. A preparation agent for synthetic fibers which contains an amine oxide of the formula 1

65



5

in which  $R_1$  denotes  $C_5-C_{22}$  alkyl or  $C_5-C_{22}$  alkenyl,  $R_2$  denotes a group of the formula 2



10

15

$R_3$  denotes  $C_1$  or  $C_5-C_{22}$  alkyl,  $C_5-C_{22}$  alkenyl or a group of the formula 2, either X denotes methyl and Y denotes hydrogen or X denotes hydrogen and Y denotes methyl, and n and m denote numbers from 1 to 8, it being necessary that the total of n and m does not exceed 10.

2. A preparation agent is claimed in claim 1, which contains an amine oxide of the formula 1 in which  $R_1$  and  $R_2$  denote  $C_{10}-C_{16}$  alkyl or  $C_{10}-C_{16}$  alkenyl.

20

3. Method of use of the preparation agent as claimed in claim 1 for the preparation of synthetic fibers.

### Revendications

25

1. Agent de préparation pour des fibres de synthèse, caractérisé en ce qu'il contient un oxyde d'amine de formule 1:

30



35

dans laquelle  $R_1$  représente un groupe alkyle en  $C_5-C_{22}$  ou un groupe alcényle en  $C_5-C_{22}$ ;  $R_2$  représente un groupe de formule 2:

40



45

$R_3$  représente un groupe alkyle en  $C_1$  ou en  $C_5-C_{22}$ , un groupe alcényle en  $C_5-C_{22}$  ou un groupe de formule 2; X représente un groupe méthyle et Y un atome d'hydrogène ou bien X représente un atome d'hydrogène et Y un groupe méthyle; et n et m sont des nombres valant 1 à 8, la somme de n et m ne devant pas être supérieure à 10.

2. Agent de préparation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il contient un oxyde d'amine de formule 1, dans laquelle  $R_1$  et  $R_2$  représentent chacun un groupe alkyle en  $C_{10}-C_{16}$  ou un groupe alcényle en  $C_{10}-C_{16}$ .

50

3. Application de l'agent de préparation selon la revendication 1 à la préparation de fibres de synthèse.

55

60

65