



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

- (21) Patentansøgning nr.: 1406/80
(22) Indleveringsdag: 01 apr 1980
(41) Alm. tilgængelig: 03 okt 1980
(44) Fremlagt: 28 jan 1991
(86) International ansøgning nr.: -
(30) Prioritet: 02 apr 1979 DE 2913176

(51) Int.Cl.⁵ C 08 G 65/26
C 07 C 217/28
C 07 C 217/50
B 01 F 17/46
C 09 D 17/00

- (71) Ansøger: *Hoechst Aktiengesellschaft; Brueningstrasse 45; 6230 Frankfurt/Main 80, DE
(72) Opfinder: Helmut *Diery; DE, Volker *Hemmerling; CH

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

(54) Vandopløselige oxalkyleringsprodukter af polyhydroxyaminer, fremgangsmåde til deres fremstilling samt deres anvendelse som dispergeringsmidler

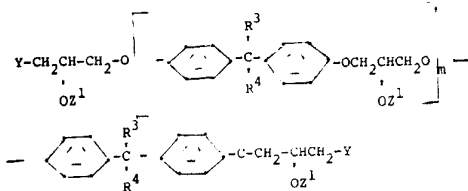
(56) Fremdragne publikationer

DE off. g. skrift nr. 2152076, 2730223
US pat. nr. 2819222

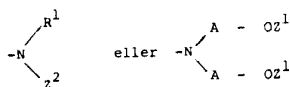
(57) Sammendrag:

1406-80

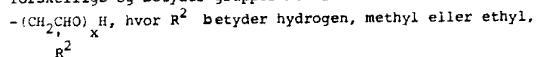
Forbindelser med formlen



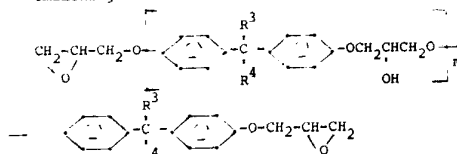
hvor Y betyder en gruppe med formlerne



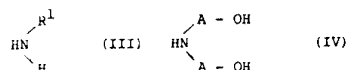
R¹ er en eventuelt umættet, eventuelt forgrenet, acyklisk hydrocarbyl- eller hydrocarbyloxypropylgruppe, A en ligekædet eller forgrenet alkylengruppe, Z¹ og Z² er ens eller forskellige og betyder grupper med formlen



og x er et tal op til ca. 150, R³ og R⁴ betyder hydrogen eller alkyl, og m er et tal fra 0 til 12, fremstilles ved omsætning af en forbindelse med formlen II



med en forbindelse med formlerne III eller IV

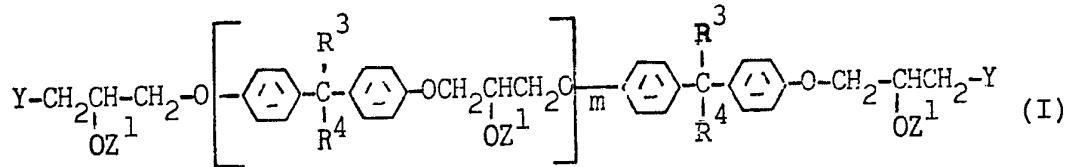


og efterfølgende oxalkylering.

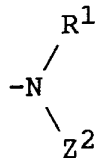
Forbindelserne egner sig som dispergeringsmidler til fremstilling af dispersioner af pigmenter, farvestoffer og optiske blegemidler, samt til præparater af plantebeskyttelses- og skadedyrsbekæmpelsesmidler.

1

Opfindelsen angår vandopløselige oxalkyleringsprodukter af polyhydroxyaminer som er ejendommelige ved at de har formelen I



hvor Y betyder en gruppe med formelen



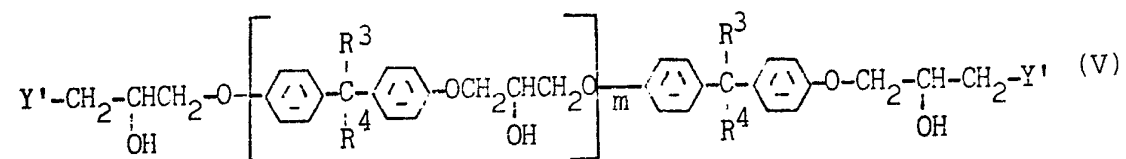
R^1 betyder en ligekædet eller forgrenet C_1-C_{24} -alkyl-, C_1-C_{24} -alkenyl- eller C_1-C_{24} -alkoxy-propylgruppe eller en gruppe med formelen $-(CH_2\underset{\substack{| \\ R^2}}{CHO})_xH$,

Z^1 og Z^2 er ens eller forskellige og betyder en gruppe

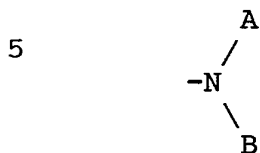
med formelen $-(CH_2\underset{\substack{| \\ R^2}}{CHO})_xH$,

hvor R^2 betyder hydrogen eller methyl, og x er et tal op til 150, R^3 og R^4 betyder hydrogen eller C_1-C_4 -alkyl, og m er et tal fra 0 til 12.

Opfindelsen angår tillige en fremgangsmåde til fremstilling af de vandopløselige oxalkyleringsprodukter af polyhydroxyaminer, og fremgangsmåden er ejendommelig ved at en forbindelse med formelen V



hvor R^3 og R^4 har den ovenfor angivne betydning, Y' betyder en gruppe med formlen



- 10 hvor A betyder ligekædet eller forgrenet C_1 - C_{24} -alkyl, C_1 - C_{24} -alkenyl eller C_1 - C_{24} -alkoxy-propyl, og B betyder hydrogen, eller A og B begge betyder C_2H_4OH , oxalkyleres.

Opfindelsen angår endvidere anvendelsen af oxalkyleringsprodukterne med formlen I som dispergeringsmidler,
15 især til fremstilling af vandige pigmentdispersioner.

Som udgangsforbindelser til fremstilling af forbindelser med formlen V egner sig de kendte epoxyharpikser for såvidt de indeholder endestillede glycidylethergrupper, som fremstilles ifølge kendte metoder ved omsætning af p,p'-
20 dihydroxydiphenylmethan, p,p'-dihydroxydiphenylpropan eller p,p'-dihydroxydiphenylbutan med epichlorhydrin. På tale kommer også sådanne højere epoxyharpikser, som eksempelvis fås ved omsætning af en af de ovenfor nævnte bisphenoler med mindre end støkiometriske mængder af epichlorhydrin.

25 Disse epoxyharpikser omsættes med aminer i et indifferent, organisk opløsningsmiddel som f.eks. methanol eller chlorbenzen ved temperaturer på ca. 60°C til ca. 120°C . Reaktionen kan imidlertid også foregå uden opløsningsmiddel ved tilsætning af epoxidet til aminen ved temperaturer på
30 ca. 100°C til ca. 150°C .

Som aminer egner sig f.eks. methylamin, n- eller i-butylamin, n-hexylamin, n-octylamin, 2-ethylhexylamin, i-nonylamin, n-decylamin, n-dodecylamin, kokosfedtamin, iso-tridecylamin, n-hexadecylamin, n-octadecylamin, talgfedtamin,
35 oleylamin, eicosyl-/cocosylamin, 3-butoxypropylamin, 3-isononyloxypropylamin, 3-n-hexadecyloxypropylamin, samt diethanolamin, di-isopropanolamin og di-iso-butanolamin.

Ved denne reaktion får man produktet med formlen V,

som derpå ifølge kendte metoder oxalkyleres med kaliumhydroxid eller fortrinsvis med natriumhydroxid eller natrium-methylat som katalysator ved temperaturer på ca. 160°C til ca. 200°C.

5 Oxalkyleringen kan gennemføres med ethylenoxid til dannelse af produkter alene med polyethylenoxid-kæder, men man kan imidlertid også først ved hjælp af propylenoxid indføre en polypropylenoxiddkæde og derefter til opnåelse af vandopløseligheden ved hjælp af ethylenoxid indføre en po-
10 lyethylenoxidgruppe. Foruden ved blokpolymerisering, ved hvilken man først indfører propylenoxid og derpå ethylenoxid eller omvendt, kan oxalkyleringsprodukterne ifølge opfindelsen imidlertid også fremstilles ved en blandingsoxalkylering ved oxalkylering med en blanding af ethylenoxid/-
15 propylenoxid. Oxalkyleringen kan gennemføres uden tryk eller i trykbeholdere, hvor ethylenoxidet kan tilføres i gasformig eller flydende tilstand. Det foretrukne arbejdstryk andrager 2-8 bar. Mængden af ethylenoxid, især den nedre grænse for værdien x, afpasses således, at der fremkommer forbindelser,
20 som er opløselige i vand.

Fra DE offentliggørelsesskrift nr. 2.730.223 kendes oxalkyleringsprodukter af phenolderivater og deres anvendelse i vandige pigmentdispersioner til farvning af vandige eller med vand fortyndelige lakker. Disse phenolderivater er afledt
25 af de såkaldte novolakker og dannes ved kondensation af de tilsvarende phenoler med aldehyder. Disse udgangsforbindelser bliver ifølge dette skrift derefter oxalkyleret og endvidere reageret med propylenoxid eller tværbundet med dicarboxylsyrer. Produkterne med formlen I ifølge den foreliggende
30 opfindelse er polymere med ganske anderledes struktur, der dannes som oxalkyleringsprodukter af polyhydroxyaminer. Udgangsforbindelser for produkterne ifølge opfindelsen er f.eks. omsætningsprodukter af bisphenol A med epichlorhydrin, som i modsætning til det ovennævnte skrift videreomsættes
35 med aminer og derefter oxalkyleres. Produkterne ifølge opfindelsen egner sig overraskende fremragende som disperge-

ringsmidler til fremstilling af vandige dispersioner af pigmenter, farvestoffer og optisk lysnende midler. I modsætning til de allerede kendte dispergeringsmidler kan de vandfrie produkter ifølge opfindelsen fortyndes med vand eller
5 vand/alkohol-blandinger i ethvert forhold og egner sig derved særlig godt til fremstilling af højkoncentrerede, flydedygtige vandige dispersioner af organiske og uorganiske pigmenter.

En yderligere fordel i forhold til de fra det ovennævnte skrift kendte dispergeringsmidler er, at produkterne ifølge opfindelsen, alene eller i kombination med andre tensid-forbindelser og andre tilsætnings- eller hjælpestoffer, kan anvendes til formulering af kendte vandopløselige eller tungtopløselige plantebeskyttelsesmidler og skadedyrs-
15 bekæmpelsesmidler.

Fremstillingen af sådanne pigmentdispersioner sker på kendt måde ved, at man dispergerer pigmenterne, såsom azopigmenter, azopigmenter behandlet til lakdannelse, triphenylmethanpigmenter, thioindigopigmenter, perylentetracarboxylsyrepigmenter, dioxazinpigmenter, chinacridonpigmenter, phthalocyaninpigmenter eller uorganiske pigmenter med produkterne ifølge opfindelsen under tilsætning af ethylenglycol, vand og eventuelt ringe mængder af andre dispergeringsmidler, som er sædvanligt anvendte til dette formål i pigmentpræparater, i et egnet dispergeringsapparat, såsom en røreværksmølle eller en dobbelttrugæltemaskine. Ved fremstilling i en æltemaskine går man frem på den måde, at man går ud fra oxalkyleringsprodukterne ifølge opfindelsen og lidt vand i æltemaskine og tilfører pigmenterne portionsvis, eventuelt under tilsætning af ringe mængder af andre dispergeringsmidler og ælter ved sej konsistens. Efter endt findeling fortyndes der under tilsætning af f.eks. ethylenglycol og vand til den ønskede farvestyrke og konsistens. Ved anvendelse af en røreværksmølle homogeniseres pigmenterne i en blanding af de ovenfor beskrevne fordelingsmidler, ethylenglycol og vand, eventuelt ringe mængder af andre
35

fordelingsmidler, ved sammenrøring til en pasta. Denne pumpebare suspension formales derpå sædvanligvis i en kontinuerlig røreværksmølle med kvartsitperler med en diameter på ca. 1 mm, eventuelt i flere omgange, indtil den ønskede
5 finhed. Derefter kan der indstilles til den ønskede farvestyrke med vand eller f.eks. ethylenglycol som vandtilbageholdelsesmiddel. Forholdet mellem dispergeringsmiddel og pigmentpulver kan varieres inden for vide grænser og andrager almindeligvis 0,1 til 0,2 vægtdele dispergeringsmiddel til
10 en del tørt pigmentpulver.

De således fremkomne pigmentdispersioner egner sig til indfarvning af dispersionsfarver til indendørs- og uden-dørsmalinger, til anvendelse ved den textile pigmenttrykning eller til anvendelse i vandige flexo- eller dybtrykfarver især
15 i forbindelse med alkoholtilsætninger. De fremragende fugte- og dispergeringsegenskaber ved de beskrevne dispergeringsmidler gør sig især bemærket ved lave anvendelsesmængder, almindeligvis 0,1 til 0,2 vægtdele dispergeringsmiddel til en del tørt pigment, baseret på pigmentindholdene i dispersio-
20 nerne. Klare og brillante farvetoner skades ikke ved flexo- og dybtryk af den ringe egenfarvning fra dispergeringsmidlerne.

Eksempler

25 Fremstilling af forbindelserne 1 til 12.
"it" betyder i de følgende eksempler "indre temperatur", dvs. temperaturen i det indre af reaktionsbeholderen. "Brugs-mol" refererer til den til praktisk brug beregnede molvægt hvor biprodukter indeholdt i udgangsproduktet medtages ved
30 beregningen. Procentangivelser er overalt på vægtbasis. Alle slutprodukterne er vandopløselige. Indholdet af ethylenoxid og/eller propylenoxid bestemmes analytisk ved gaschromatografi. Strukturen af de fremstillede produkter fremgår af tabellen efter eksemplerne.

Eksempel 1:

- Der gås ud fra 268 g destilleret talgfedtamin (sammensætning: 31% C_{16} /35% C_{18} /30% $C_{18=}$ /4% $C_{12/14}$) (basiske N 5,21%, brugs-mol: 268) og 500 ml methanol i en
- 5 4-halset kolbe med slib og med tilbagesvaler, indvendigt termometer, omrører og dråbetragt. Ved $t = 45^{\circ}\text{C}$ tilsættes der i løbet af ca. 30 minutter 189 g af en i handelen tilgængelig diglycidylether af 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan (epoxyantal: 193, brugs-mol: 378). Derefter omrøres reaktions-
- 10 blandingen i 4 timer ved $t = 65^{\circ}\text{C}$, og methanolen bortdestilleres på en rotationsfordamper. Reaktionsproduktet er en gullig fast pasta med et basisk N-indhold på 3,10%/3,11%, brugs-mol: 902.
- 15 225,2 g af det fremkomne additionsprodukt oxethyleres i nærværelse af 2 g pulveriseret ætsnatron med 228 g ethylenoxid ved 180°C i løbet af 12 timer. Det flydende slutprodukt udviser et uklarhedspunkt på 57°C (i vand) ifølge DIN 53917 og indeholder 20,6 mol ethylenoxid, baseret på ét mol af
- 20 slutproduktet.
- Additionsproduktet ud fra talgfedtamin og diglycidylether kan også fremstilles ved smeltning, når der gås ud fra talgfedtamin, og der opvarmes til $t = 150^{\circ}\text{C}$. Ved denne temperatur tildryppes derefter den til 50°C forvarmede diglycidylether i løbet af ca. 1 time, og der efterrøres i endnu
- 25 1 1/2 time.

Eksempel 2

- 105 g propylenoxid dryppes til 90,2 g (0,1 mol)
- 30 af et additionsprodukt af 2 mol talgfedtamin og 1 mol diglycidylether fra 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan, som beskrevet i eksempel 1, i nærværelse af 0,5 g pulveriseret ætsnatron i løbet af 15 timer ved $170-190^{\circ}\text{C}$. Det fremkomne polyoxypropylat udgør en brun, middelviskos væske med 18,8 mol propylenoxid pr. mol, og dette omsættes videre med ethylenoxid.
- 35 Efter tilsætningen af 1 g pulveriseret ætsnatron adderes

0

der 72 g ethylenoxid i løbet af 7 timer ved $t = 180^{\circ}\text{C}$. Den brune, middelviskose væske udviser et uklarhedspunkt på 38°C (i vand) eller 79°C (i butyldiglycol) ifølge DIN 53917.

5

Eksempel 3

Til 419 g (0,46 mol) af et som i eksempel 1 fremstillet additionsprodukt af 2 mol destilleret talgfedtamin og diglycidyletheren af 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan sættes der 2,2 g pulveriseret ætsnatron. Oxethyleringen gennemføres med 451 g ethylenoxid ved $140-160^{\circ}\text{C}$ under tryk og i løbet af 4 timer. Det følgende reaktionsprodukt udviser et uklarhedspunkt på $61,3^{\circ}\text{C}$ (i vand) og indeholder 22,3 mol ethylenoxid, baseret på ét mol.

15

Eksempel 4

370 g destilleret dodecylamin (2 mol) med 98% C_{12} -alkyl (basisk N: 7,53%/7,55%) opløses i 1000 ml methanol, og hertil sættes der ved $t = 45^{\circ}\text{C}$ og i løbet af 15 minutter 378 g af en diglycidylether af 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan (epoxyantal: 193, brugs-mol: 378). Efter 4 timers omrøring ved 65°C bortdestilleres methanolen. Det klare reaktionsprodukt størkner ved afkøling til et voksagtigt fast stof (basisk N: 3,70%/3,69%, brugs-mol: 758).

303,2 g (0,4 mol) af dette reaktionsprodukt omsættes i nærværelse af 1,5 g pulveriseret ætsnatron ved $t = 180^{\circ}\text{C}$ med 443 g propylenoxid i løbet af 22 timer, idet der efter ca. halvdelen af reaktionstiden tilsættes yderligere 1,5 g pulveriseret ætsnatron.

93,3 g af denne oxpropylerede forbindelse oxethyleres ved $180-190^{\circ}\text{C}$ ved tilledning af 88 g ethylenoxid til dannelsen af et flydende, vandopløseligt produkt. Dette produkt udviser et uklarhedspunkt på 78°C (i butyldiglycol) ifølge DIN 53917.

35

0

Eksempel 4a

Såfremt 93,3 g af den i eksempel 4 beskrevne, oxpropylerede forbindelse omsættes på analog måde med 173,5 g ethylenoxid, dannes der en klar, vandopløselig pasta med et uklarhedspunkt på 93°C (i BDG) ifølge DIN 53917.

Eksempel 5

Såfremt der i stedet for dodecylaminen i eksempel 4 anvendes kokosfedtamin (basisk N: 7,08%/7,11%), dannes der et di-additionsprodukt ud fra diglycidyletheren af 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan som en voksagtig forbindelse med et indhold af basisk N på 3,54%/3,56% og brugs-mol 789. Af denne forbindelse oxpropyleres 315,6 g i nærværelse af 1 g pulveriseret ætsnatron ved 180-200°C med 441 g PO, hvorved der dannes en middelviskos væske. 378,4 g af den oxpropylerede forbindelse omsættes i nærværelse af ætsnatron ved 190°C med 375 g ethylenoxid til dannelse af et klart, vandopløseligt dispergeringsmiddel. Uklarhedspunkt i vand: 78,0°C. Uklarhedspunkt i BDG: 90,0°C ifølge DIN 53917.

Additionsforbindelsen ud fra kokosfedtamin og diglycidylether kan også fremstilles uden tilstedeværelse af et opløsningsmiddel, når der eksempelvis gås ud fra 788 g destilleret kokosfedtamin (51% C₁₂, 19% C₁₄, 13% C_{8/10}, 17% C_{16/18}), og der opvarmes til 120°C. Derpå lader man i løbet af 20 minutter tildryppe 740 g af diglycidyletheren (vandafkøling), hvorved temperaturen stiger til 150°C. Reaktionsblandingen efterrøres derefter i 1 time ved 120°C.

Eksempel 6

Et additionsprodukt ud fra 2 mol di-ethanolamin og 1 mol diglycidylether af 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan, som fremstilles ved tilsætning af diglycidyletheren til di-ethanolaminen ved $t = 120^{\circ}\text{C}$ i løbet af 30 minutter og ved en 2 timers efterrøring ved 140°C, oxalkyleres. Til dette formål adderes der 1033 g propylenoxid til 127,2 g af additionsproduktet (0,2 brugs-mol) i nærværelse af 2 g pul-

0

veriseret ætsnatron og under N_2 -atmosfære ved $t = 190-205^\circ C$. Den efterfølgende oxethylering sker med 174,0 g af den oxpropylerede forbindelse ved addition af 318 g ethylenoxid. Slutproduktet er en vandopløselig pasta med et uklarhedspunkt

5

på $87,5^\circ C$ (i vand) og $94,5^\circ C$ (i BDG).

Eksempel 7

258 g (2 mol) 2-ethylhexylamin opvarmes til $t = 90^\circ C$. Til denne amin lader man i løbet af 20 minutter tilgå

10

370 g (1 mol) diglycidylether af 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan, hvorved reaktionsblandingens temperatur stiger til $t = 100^\circ C$. Derefter efterrøres der i 90 minutter ved $t = 110^\circ C$. Brugs-mol: 634.

15

253,6 g af additionsforbindelsen omsættes i nærværelse af 2 g pulveriseret ætsnatron ved $190-210^\circ C$ med 597 g propylenoxid. Forbindelsen indeholder 26,6 mol PO/mol produkt.

20

212,6 g af propylenoxid-omsætningsproduktet omsættes derefter ved $180-195^\circ C$ med 345 g ethylenoxid til dannelse af en vandopløselig, grænsefladeaktiv forbindelse. Uklarhedspunkt: $90,5^\circ C$ (i BDG) og $83,5^\circ C$ (i H_2O).

Eksempel 8

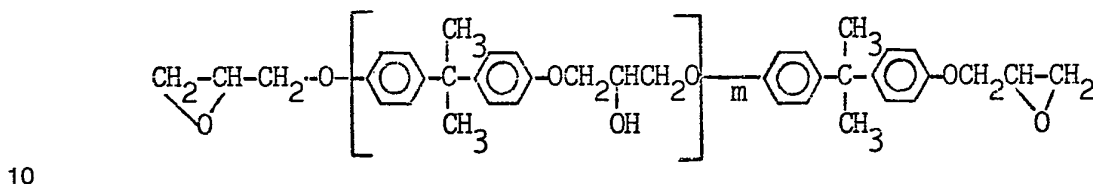
Et additionsprodukt ud fra 2 mol N-methyl-ethanolamin og 1 mol diglycidylether af 2,2-bis-[p-hydroxy-phenyl]-propan, som er fremstillet ved tilsætning af diglycidyletheren til N-methyl-ethanolaminen ved $130-150^\circ C$ og med 2 timers efterrøring ved $140^\circ C$, udgør en ravfarvet, blank harpiks. Heraf omsættes 260 g (0,5 mol) med 1678 g propylenoxid i nærværelse af 2 g pulveriseret ætsnatron ved $190-195^\circ C$. Af dette reaktionsprodukt bringes derefter 387,6 g til reaktion med 674 g ethylenoxid ved $190^\circ C$. Det voksagtigt størknede, vandopløselige slutprodukt udviser et uklarhedspunkt på $88,0^\circ C$ (i vand) og $90,5^\circ C$ (i BDG).

35

0

Eksempel 9

254,6 g (1 mol) af en destilleret talgfedtamin opløses i 500 ml chlorbenzen. Derpå lader man tilgå en opløsning af 936 g (0,5 mol) af en blanding af forbindelser med følgende formel:



hvor m er 5 hhv. 6, opløst i 1424 g chlorbenzen, i løbet af ca. 10 minutter ved 45°C, og omrører reaktionsudgangsblandingen i 3 1/2 time ved 70°C. Efter bortdestillation af chlorbenzenen dannes der en sprød harpiks, som udviser et basisk N-indhold på 1,13%.

Til 476,4 g (0,2 mol) af dette reaktionsprodukt sættes der 1,5 g pulveriseret ætsnatron, hvorefter der omsættes med 326 g propylenoxid ved 170-190°C. Der dannes et blankt, viskøst produkt. Heraf bringes 200,5 g (0,05 mol) til yderligere reaktion med 146 g ethylenoxid. Den middelviskøse, vandopløselige forbindelse udviser et uklarhedspunkt på 30,4°C (i vand).

Eksempel 10

Analogt med eksempel 9 omsættes først 204 g (0,8 mol) af en destilleret talgfedtamin med 1168 g (0,4 mol) af en kondenseret epoxyharpiks med formlen II med R^3 og $R^4 = CH_3$ og $m = 12$, med chlorbenzen som opløsningsmiddel. Der dannes en harpiksagtig, sprød, fast substans. 686 g (0,2 mol) af denne forbindelse omsættes i nærværelse af 1 g pulveriseret ætsnatron ved 180-210°C med 672 g (12 mol) propylenoxid. Af den fremkomne, viskøse forbindelse bringes 339,5 g (0,05 mol) ved 190-200°C til reaktion med 0,5 g pulveriseret ætsnatron og 246 g ethylenoxid. Omsætningsproduktet er vandopløseligt og udviser et uklarhedspunkt på 36,9°C (i vand) og 68,5°C (i BDG) ifølge DIN 53917.

0

Eksempel 11

522 g (2 mol) destilleret talgfedtamin opvarmes til $it = 150^{\circ}\text{C}$. Derpå tilføres der ved $145-155^{\circ}\text{C}$ i løbet af ca. 1 1/2 time 936 g (1 mol) af en epoxyharpiks med form-
5 len II med R^3 og $R^4 = \text{CH}_3$ og $m = 2,4$. Reaktionsblandingen efterrøres i 1 time ved 150°C . Til 291,6 g (0,2 mol) af den fremkomne harpiks sættes der 1 g pulveriseret ætsnatron, hvorefter der omsættes med 428 g propylenoxid ved $180-220^{\circ}\text{C}$.

360 g (0,1 mol) af den oxpropylerede forbindelse
10 oxethyleres derefter med 280 g ethylenoxid ved $190-195^{\circ}\text{C}$ til dannelse af et vandopløseligt reaktionsprodukt. Uklarhedspunkt: 34°C (i vand) og $72,0^{\circ}\text{C}$ (i BDG) ifølge DIN 53917.

Eksempel 12

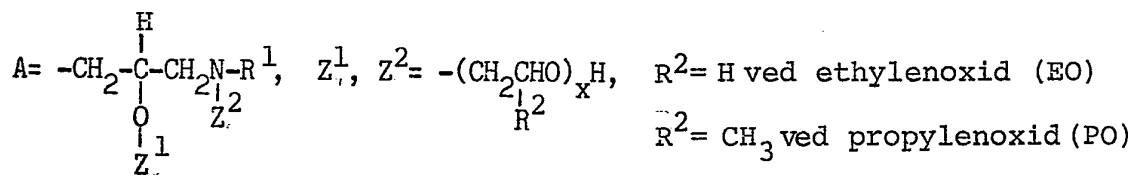
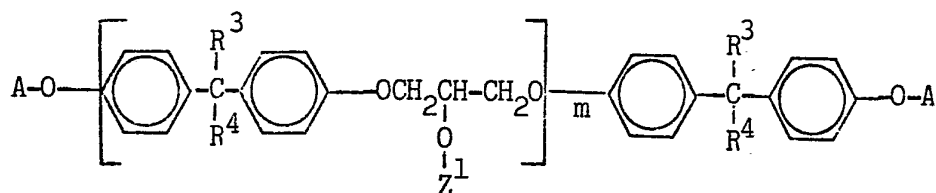
15 510 g (2 mol) destilleret talgfedtamin (sammensætning som beskrevet i eksempel 1) opløses i 1000 ml methanol. Ved $it = 45^{\circ}\text{C}$ tilsættes der 352 g (1 mol) diglycidylether af bis-[p-hydroxy-phenyl]-methan (epoxyantal 207/208). Derefter omrøres der i 4 timer ved 65°C , og methanolen afdampes der-
20 efter. Reaktionsproduktet størkner til en voksagtig masse.

305,2 g af dette reaktionsprodukt omsættes i nærværelse af 2 g ætsnatron ved 190°C med 323 g ethylenoxid. Det vandopløselige reaktionsprodukt udviser et uklarhedspunkt på $60,4^{\circ}\text{C}$ (i vand) eller $86,5^{\circ}\text{C}$ (i BDG) ifølge DIN 53917.

25

30

35



For- bin- del- se nr.	R ¹	R ³	R ⁴	m	mol alkylen- oxid pr. mol slutprodukt	Uklarheds- punkt DIN 53917
					$\Sigma \text{Z}^1 + \text{Z}^2$	
1	talgfedtalkyl	-CH ₃	-CH ₃	0	EO 20,6	57°C (i H ₂ O)
2	talgfedtalkyl	-CH ₃	-CH ₃	0	PO 18,8	38°C (i H ₂ O)
					EO 35,6	79°C (i BDG)
3	talgfedtalkyl	-CH ₃	-CH ₃	0	EO 22,3	61,3°C (i H ₂ O)
4	dodecyl	-CH ₃	-CH ₃	0	PO 19,8	78°C (i BDG)
					EO 40,0	
4a	dodecyl	-CH ₃	CH ₃	0	PO 19,8	93°C (i BDG)
					EO 78,8	
5	kokosfedtal- kyl	-CH ₃	-CH ₃	0	PO 19,7	78,0°C (i H ₂ O)
					EO 42,6	90,0°C (i BDG)
6	Z ²	-CH ₃	-CH ₃	0	PO 92,2	94,5°C (i BDG)
					EO 240	87,5°C (i H ₂ O)
7	2-ethyl-hexyl	-CH ₃	-CH ₃	0	PO 26,6	90,5°C (i BDG)
					EO 78,4	83,5°C (i H ₂ O)
8	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	0	PO 60	88°C (i H ₂ O)
					EO 153,2	90,5°C (i BDG)
9	talgfedtalkyl	-CH ₃	-CH ₃	5-6	PO 29,1	30,4°C (i H ₂ O)
					EO 66,4	
10	talgfedtalkyl	-CH ₃	-CH ₃	~12	PO 60	36,9°C (i H ₂ O)
					EO 112	68,5°C (i BDG)
11	talgfedtalkyl	-CH ₃	-CH ₃	~2,4	PO 38,2	34°C (i H ₂ O)
					EO 63,6	72,0°C (i BDG)
12	talgfedtalkyl	H	H	0	EO 21	60,4°C (i H ₂ O)
						86,5°C (i BDG)

0

AnvendelseseksemplerAnvendelseseksempel 1

288 vægtdele "Pigment Red 14" (farveindeksnr. 12380) sejåltes med 54 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 2 og
5 ca. 80 vægtdele vand i en dobbelttrugæltemaskine i ca. 30 minutter. Efter endt findeling fortyndes der ved tilsætning af yderligere 118 vægtdele vand og 60 vægtdele ethylenglycol. Pigmentpræparatet, som indeholder 48 vægtprocent pigment, er tyndtflydende og lagringsstabil, og det egner sig fremragende til farvning af vandige malingsfarver og til anvendelse i vandige flexo- eller dybtrykfarver.

Anvendelseseksempel 2

Såfremt man i anvendelseseksempel 1 anvender 72 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 6 i stedet for forbindelsen fra eksempel 2, dannes der et pigmentpræparat med lige så gode anvendelsestekniske egenskaber.

Anvendelseseksempel 3

20 Såfremt man i anvendelseseksempel 1 anvender 72 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 9 i stedet for forbindelsen fra eksempel 2, dannes der et pigmentpræparat med lige så gode anvendelsestekniske egenskaber.

Anvendelseseksempel 4

25 Såfremt man i anvendelseseksempel 1 anvender 78 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 11 i stedet for forbindelsen 2, dannes der et pigmentpræparat med lige så gode anvendelsestekniske egenskaber.

30

Anvendelseseksempel 5

90 vægtdele af et Cu-phthalocyaninpigment ("Pigment Blue 15", farveindeksnr. 74160) formales sammen med 20 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 4a og 70 vægtdele vand under tilsætning af ca. 700 vægtdele kvartsitperler (diameter: 1-2 mm) som malelegemer i ca. 1 time i en 1 liter røreværksmølle.
35 Efter endt formaling sættes der endnu 20 vægtdele ethylenglycol til malegodset, og den tyndtflydende pigmentdispersion, som indeholder 45 vægtprocent pigment, skilles fra malelegemerne på en sigte. Dispersionen egner sig fremragende til anvendelse i

0

vandige flexo- eller dybtrykfarver.

Anvendelseseksempel 6

5 En tilsvarende god pigmentdispersion dannes, hvis
man erstatter forbindelsen fra eksempel 4a i anvendelseseksempel 5
med 24 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 5.

Anvendelseseksempel 7

10 En tilsvarende god pigmentdispersion dannes, hvis man
erstatte forbindelsen fra eksempel 4a i anvendelseseksempel 5
med 28 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 8.

Anvendelseseksempel 8

15 250 vægtdele af et ved blandingskobling af diazoteret
3,3'-dichlorbenzidin på aceteddikesyreanilid og aceteddike-
syre-p-ansidid i forholdet 9:1 fremkommet pigment sejælt
med 50 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 1 og ca. 65 vægt-
dele vand i en dobbelttrugæltemaskine i ca. 2 timer. Efter endt
findeling fortyndes der med 50 vægtdele ethylenglycol og 135 vægt-
20 dele vand til et pigmentindhold på 50%. Det fremkomne, tyndt-
flydende pigmentpræparat kan fortyndes i ethvert forhold med
vand eller vandholdige bindemiddelsystemer.

Anvendelseseksempel 9

25 Såfremt man i anvendelseseksempel 8 anvender 60 vægt-
dele af forbindelsen fra eksempel 7 i stedet for forbindelsen
fra eksempel 1, dannes der en pigmentdispersion med lige så gode
anvendelsestekniske egenskaber.

Anvendelseseksempel 10

30 Såfremt man i anvendelseseksempel 8 erstatter forbin-
delsen fra eksempel 1 med 60 vægtdele af forbindelsen fra eksem-
pel 10, dannes der en pigmentdispersion med de samme egenskaber.

Anvendelseseksempel 11

35 90 vægtdele "Pigment Red 147" (farveindeksnr. 12433)
sejælt med 20 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 3 og
ca. 30 vægtdele vand i en dobbelttrugæltemaskine i ca. 30 minutter.
Efter endt findeling fortyndes der ved tilsætning af 80 vægtdele

0

vand og 20 vægtdele ethylenglycol. Pigmentpræparatet, som indeholder 45 vægtprocent, er risledygtigt og egner sig fremragende til anvendelse i vandige flexotrykfarver.

5 Anvendelseseksempel 12

Såfremt man i anvendelseseksempel 11 erstatter forbindelsen fra eksempel 3 med 20 vægtdele af forbindelsen fra eksempel 12, dannes der en lige så god pigmentdispersion.

10

15

20

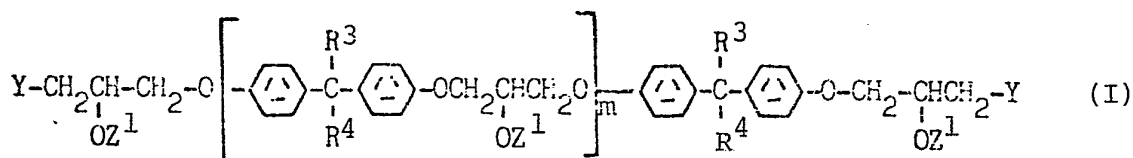
25

30

35

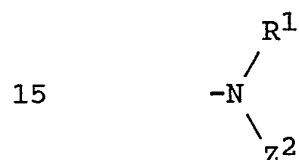
P a t e n t k r a v .

1. Vandopløselige oxalkyleringsprodukter af polyhydroxyaminer, k e n d e t e g n e t ved, at de har formelen I



10

hvor Y betyder en gruppe med formelen



R^1 betyder en ligekædet eller forgrenet C_1 - C_{24} -alkyl-, C_1 - C_{24} -alkenyl- eller C_1 - C_{24} -alkoxy-propylgruppe eller en gruppe med formelen $-(\text{CH}_2\text{CHO})_x\text{H}$,

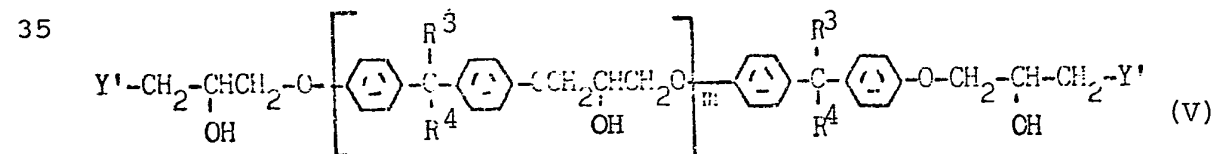


Z^1 og Z^2 er ens eller forskellige og betyder en gruppe med formelen $-(\text{CH}_2\text{CHO})_x\text{H}$,

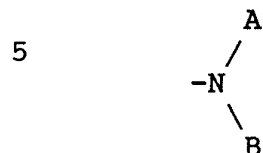


hvor R^2 betyder hydrogen eller methyl, og x er et tal op til 150, R^3 og R^4 betyder hydrogen eller C_1 - C_4 -alkyl, og m er et tal fra 0 til 12.

2. Fremgangsmåde til fremstilling af vandopløselige oxalkyleringsprodukter af polyhydroxyaminer ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at en forbindelse med formelen V



hvor R^3 og R^4 har den i krav 1 angivne betydning, Y' betyder en gruppe med formlen



- 10 hvori A betyder ligekædet eller forgrenet C_1 - C_{24} -alkyl, C_1 - C_{24} -alkenyl eller C_1 - C_{24} -alkoxy-propyl, og B betyder hydrogen, eller A og B begge betyder C_2H_4OH , oxalkyleres.

3. Anvendelse af oxalkyleringsprodukter ifølge krav 1 som dispergeringsmidler.

- 15 4. Anvendelse ifølge krav 3 af oxalkyleringsprodukter ifølge krav 1 som dispergeringsmidler til fremstilling af vandige pigmentdispersioner.