



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 123 997** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) МПК<sup>6</sup> **C 07 C 69/708, 69/734, 67/08, D 06 M 13/224//D 06 M 101:16**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 94006276/04, 11.02.1994  
(30) Приоритет: 13.02.1993 DE P 4304354.2  
(46) Дата публикации: 27.12.1998  
(56) Ссылки: US 4179544 A, 1979. EP 416486 A, 1990. EP 538714 A, 1992. EP 162530 A, 1985. US 4227390 A, 1980.

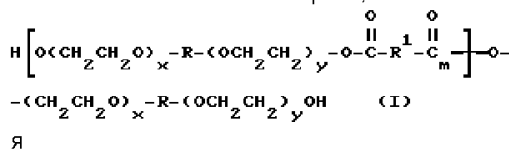
(71) Заявитель:  
Хехст АГ (DE)  
(72) Изобретатель: Франк Вайнелт (DE),  
Лотар Йекель (DE), Оханнес Балеқдиян (DE)  
(73) Патентообладатель:  
Хехст АГ (DE)

(54) СЛОЖНОЭФИРНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ, СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ И СРЕДСТВО ДЛЯ ПРЕПАРАЦИИ ВОЛОКНА

(57) Реферат:

Сложноэфирные соединения общей формулы I, где R -этиленовый остаток или алкилзамещенный алкиленовый остаток с 2-4 атомами углерода в алкиленовой цепи, с метилом, этилом, пропилом или изопропилом в качестве алкильного заместителя; "x" плюс "y" - число от 2 до 35 и не равны нулю; R<sup>1</sup> - (CH<sub>2</sub>)<sub>z</sub>; z = 0 или целое число от 1 до 12 или является фениленовым или виниленовым остатком; m - целое число от 1 до 30. Соединения формулы I и их смеси обладают одновременно преимуществами легкой биологической расщепляемости при

незначительном набухании полиуретановых материалов и пригодны в качестве средств для препарации волокна, особенно в качестве текстурирующих препаратов и компонентов текстурирующих препаратов. Сложные олигоэфиры I получают этерификацией диола формулы II дикарбоновой кислотой формулы III. 3 с. и 8 з.п. ф-лы, 5 табл.



RU 2 1 2 3 9 9 7 C 1

RU 2 1 2 3 9 9 7 C 1



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 123 997** <sup>(13)</sup> **C1**  
 (51) Int. Cl.<sup>6</sup> **C 07 C 69/708, 69/734, 67/08,**  
**D 06 M 13/224//D 06 M 101:16**

RUSSIAN AGENCY  
 FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

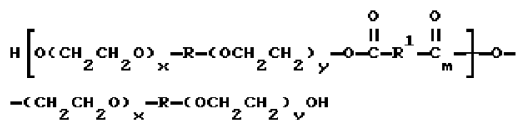
(21), (22) Application: 94006276/04, 11.02.1994  
 (30) Priority: 13.02.1993 DE P 4304354.2  
 (46) Date of publication: 27.12.1998

(71) Applicant:  
**Khekhst AG (DE)**  
 (72) Inventor: **Frank Vajnel't (DE),**  
**Lotar Jekel' (DE), Okhannes Balekdijan (DE)**  
 (73) Proprietor:  
**Khekhst AG (DE)**

(54) **ESTER COMPOUNDS, METHOD OF PREPARING THEREOF, AND AGENT FOR PREPARATION OF FIBER**

(57) Abstract:

FIELD: chemical industry. SUBSTANCE:  
 ester compounds of formula I (R<sup>1</sup>) wherein R  
 is ethylene residue or alkyl substituted  
 alkylene residue having 2-4 carbon atoms in  
 alkylene chain with methyl, ethyl, propyl or  
 isopropyl as alkyl substituent; x plus y are  
 integers from 2 to 35 and are zero;  $-(CH_2)_z$  is



; z is zero or integer from 1 to 12 or  
 phenylene or vinylene residue; m is integer  
 from 1 to 30. Compounds of formula I and  
 mixtures thereof have simultaneously  
 advantage of being readily detachable  
 biologically when polyurethane materials are  
 slightly swollen and are suitable as agents  
 for preparation of fiber, especially as  
 texturing agents and components of texturing  
 agents. Oligoesters I are prepared by  
 esterification of diol of formula II with  
 dicarboxylic acid of formula III. EFFECT:  
 more efficient preparation method. 12 cl, 16  
 ex, 4 tbl

RU 2 123 997 C1

RU 2 123 997 C1

Изобретение относится к сложноэфирным соединениям, способу их получения и их применение в качестве средства для препарации волокна.

Из US-A-4179544 и US-A 4227390 известны полиоксикалкиленгликоли, которые при термообработке препарированных синтетических волокон, как текстурирование, испаряются без остатка, так что при их применении в средствах для приготовления волокна очистка текстурирующих устройств требуется относительно редко.

Из EP-B-162530 известны содержащие закрытые концевые группы полиоксикалкиленгликоли, которые обладают хорошими свойствами в качестве средства для препарации волокна и отличаются также незначительным осадкообразованием на волокне после процессов нагревания.

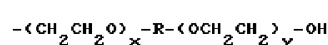
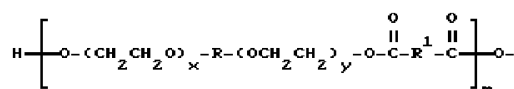
Однако все эти соединения обнаруживают тот недостаток, что они биологически только умеренно разлагаемы и вследствие этого экологически загрязняют сточные воды. В последнее время требования к биологически легко разлагаемым средствам для препарации волокна или текстильным вспомогательным средствам ужесточаются. Эти требования нацелены на то, чтобы попадающие в сточные воды текстильных производств средства для препарации волокна обезвреживать биологическим расщеплением. Под понятием "биологически разлагаемый" понимается, что средства для препарации волокна расщепляются биологическим путем, например благодаря содержащим в отстойном шламе отстойной установки ферментам или бактериям. При этом желательно, чтобы при расщеплении образовывались химически простые соединения, такие как двуокись углерода, вода, сульфат или фосфат. Определение биологической расщепляемости можно провести с помощью различных известных способов испытаний. Подходящим способом является так называемый тест на речную воду (OECD-301E-тест) и тест зубец/волна (OECD-302B-тест).

В EP-A-538714 предлагаются этоксилированные диолы в качестве биологически легко разлагаемых средств для препарации волокна. Но эти соединения не полностью заполняют пробел. Если их молекулярный вес превышает 1200, то они уже не столь легко биологически разлагаемы. С другой стороны, описанные оксэтилированные диолы с молекулярными массами ниже 1200 проблематичны из-за неудовлетворительной устойчивости к давлению, вследствие чего они недостаточно защищают волокно при высоком механическом усилии во время процесса текстурирования. Следствием этого являются повреждения в процессе изготовления и потери качества при текстурировании в виде течения, разрывов нитей и капилляров. Другим весьма общим недостатком низкооксэтилированных диолов и этиленоксидных/пропиленоксидных соединений является их склонность вызывать набухание полиуретановых материалов, которые присутствуют в машинах для текстурированных в виде накатки, приводных ремней или текстурированных дисков, что ведет к преждевременному износу агрегатов. Мерой совместимости полиуретанов с

текстурирующим препаратом в специальных областях является увеличение веса (набухание) полиуретанового материала <sup>®</sup>Simritan 80 AU 991 ( <sup>®</sup> = зарегистрированный товарный знак фирмы Freudenberg ) после семидневной испытательной выдержки при 90°C, причем увеличение веса должно составлять максимально 10%. Далее следует упомянуть, что хотя с ростом молекулярного веса названных оксэтилированных диолов и этиленоксидных/пропиленоксидных соединений отношение к набуханию отходит на задний план, однако биологическое расщепление уменьшается.

Удивительным образом было найдено, что специальные сложноэфирные соединения являются хорошим средством для препарации волокна и, кроме того, легко биологически разлагаемы.

Сложноэфирные соединения согласно изобретению характеризуются нижестоящей формулой I.



где

R является этиленовым остатком или однократно, или многократно, преимущественно одно- или двукратно, алкилзамещенным алкиленовым остатком с 2-4 атомами углерода в алкиленовой цепи и метилом, этилом, пропилом или изопропилом в качестве алкильного заместителя, причем предпочтительным является метил;

x + y = 2-35, причем ни x и y ≠ 0;

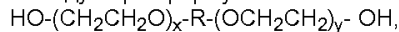
R<sup>1</sup>-(CH<sub>2</sub>)<sub>z</sub> - где z - нуль или целое число с 1 до 12, или фениленовый или виниленовый остаток, и m = 1 - 30.

Предпочтительно в соединения формулы I

R - этиленовый остаток -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub> -, 1-метилэтиленовый остаток (изопропиленовый) остаток или 2,2-диметилпропиленовый остаток, причем наиболее предпочтителен изопропиленовый новый остаток,

x + y = 5-22, причем x и y ≠ 0, R<sup>1</sup> -(CH<sub>2</sub>)<sub>z</sub>, где z=1-8, или фениленовый или виниловый остаток, и m=1-10.

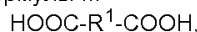
Сложные олигоэфиры формулы I могут быть получены этерификацией диола нижеследующей формулы II



где

R, x и y имеют указанное для формулы I значение,

дикарбоновой кислотой нижеследующей формулы III



где

R<sup>1</sup> имеет указанное для формулы I значение,

при молярном соотношении 1:0,25-1, преимущественно 1:0,45-1.

В качестве диолов или полиэтиленгликолей принимаются во внимание преимущественно таковые формулы II, которые имеют молекулярную массу 200-1500, где предпочтительно 300-1000. Особенно предпочтительными

являются те, в которых R - изопропилен и которые являются таковыми с изопропиленгликолем в качестве исходного соединения. Такие полиэтиленгликоли и их получение описаны в EP 0166958 B1. Их получают преимущественно таким образом, что соответствующее остатку R в формуле II гликольное соединение, например этиленгликоль или изопропиленгликоль, подвергают взаимодействию с тем же самым мольным количеством этиленоксида, которое соответствует требуемой сумме x плюс y в формуле II. В частности, как правило, поступают таким образом, что гликольное соединение и щелочной катализатор подаются в снабженный мешалкой работающий под давлением сосуд, после чего для создания инертной атмосферы промывают преимущественно азотом. Присутствующая при определенных условиях вода удаляется в применении вакуума. Затем при температуре 110-170°C, предпочтительно 120-160°C, дозируется и присоединяется при регулируемом давлении жидкий или газообразный этиленоксид. Окончание присоединения этиленоксида устанавливают по спадающему и остающемуся существенно постоянным давлению. Для удаления возможно присутствующих жидких частей полученный полиэтиленгликоль выдерживается под вакуумом в течение 0,3-1 часа при примерно 80-120°C. Предпочтительными щелочными катализаторами являются гидроксид, карбонат или метилат натрия, а также соответствующие калиевые соединения. Количество катализатора обычно составляет 0,1-5 вес.%, предпочтительно 0,3- 3 вес.%, в расчете на количество введенного гликольного соединения.

Используемые дикарбоновые кислоты могут иметь ароматическую или алифатическую природу. Алифатические дикарбоновые кислоты могут быть насыщенными или ненасыщенными. Ароматические дикарбоновые кислоты - это преимущественно фталевая (бензол-орто-дикарбоновая), терефталевая (бензол-пара-дикарбоновая) и изофталевая (бензол-мета-дикарбоновая) кислота. Алифатические насыщенные дикарбоновые кислоты - это преимущественно кислоты с C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-алкиленовыми группами, такие как малоновая, янтарная, глутаровая, адипиновая, пимелиновая, пробоковая, азелаиновая и себациновая кислота. Алифатические ненасыщенные дикарбоновые кислоты - это преимущественно фумаровая или малеиновая кислота. Из названных дикарбоновых кислот предпочтительны алифатические насыщенные дикарбоновые кислоты, а также малеиновая кислота. Само собой разумеется, что вместо дикарбоновых кислот могут использоваться и их производные, например соответствующие ангидриды или галогениды, причем предпочтительны ангидриды (ангидриды дикарбоновых кислот).

Этерификация диолов формулы II дикарбоновыми кислотами или ангидридами дикарбоновых кислот формулы III проводится преимущественно без растворителя, то есть в массе, и под подушкой защитного газа, причем реакционная вода отгоняется из реакционной смеси. Температуры

этерификации составляют 170-230 °C, предпочтительно 180-210°C. Реакция этерификации проводится преимущественно при кислотном или слабокислотном катализе. Кислотный катализ осуществляют, например, с помощью п-толуолсульфокислоты, метансульфокислоты или фосфорноватистой кислоты или в их смеси в качестве катализатора. Слабокислотный катализ осуществляют, например, когда в качестве катализатора используют молярную смесь фосфорноватистой кислоты и NaOH в соотношении 1:1 (в твердом виде или в виде, например, 1-50 вес. %-ного водного раствора). Особенно предпочтительным катализатором является смесь из п-толуолсульфокислоты или метансульфокислоты и фосфорноватистой кислоты в весовом соотношении 1: 0,5, если фосфорноватистая кислота используется как таковая (то есть 100%-ная), или в весовом соотношении 1:1, если фосфорноватистая кислота используется в виде примерно 50 вес. %-ного водного раствора. С этим катализатором получают сложные олигоэфиры особенно хорошего качества относительно окраски и без осадка. Количество катализатора можно варьировать в широких пределах. Оно составляет обычно 0,03-0,5 вес.% в расчете на вес диола и дикарбоновой кислоты или ангидрида дикарбоновой кислоты, предпочтительно 0,05-0,2 вес.%.

Окончание реакции этерификации определяется кислотным числом продукта этерификации, которое должно быть менее 5, преимущественно менее 3 и особенно предпочтительно 0,3-2,5. Полученный продукт этерификации, который после охлаждения до комнатной температуры подвергается при необходимости фильтрованию, представляет собой целевое средство для получения волокна. Продукт обычно имеет вязкость более 500 мПа•с при 20°C, преимущественно 700-5000 и особенно предпочтительно 900-3000 мПа•с при 20°C. Другими характеристиками сложных олигоэфиров согласно изобретению являются ОН-число (число гидроксильных групп), число омыления и индекс цвета по иодометрической шкале. ОН-число обычно имеет значение 10-160, предпочтительно 70-115, число омыления 40-300, предпочтительно 50-220, и индекс цвета по иодометрической шкале < 0,1-20, преимущественно < 0,1-8 и особенно предпочтительно < 0,1-1.

Сложноэфирные продукты согласно изобретению могут использоваться как таковые или в смеси с другими известными средствами для препарации волокна при изготовлении и/или обработке волокон. Таким образом, средство для препарации волокна состоит из до 100 вес.% сложноэфирных соединений формулы I или выраженных иначе, средство согласно изобретению характеризуется содержанием или представляет собой сложноэфирные соединения формулы I. В качестве компонентов смеси могут использоваться известные и обычные вещества, такие как полимеры этиленоксида/пропиленоксида, поверхностно-активные вещества, сложноэфирные масла из жирных спиртов и жирных кислот, эфиры и соли фосфорной кислоты, оксэтилаты низших алканолов или алкандиолов, оксэтилаты жирных спиртов,

оксэтиллаты жирных аминов и/или оксэтиллаты жирных кислот, которые служат, например, в качестве агентов смазки или сшивки, эмульгаторов, средств заключительной отделки волокна и/или антистатиков. В смесях с другими веществами количество соединений формулы I обычно составляет 5-95 вес. %, предпочтительно 30-60 вес. %, весовые проценты рассчитаны относительно (готового) средства для препарации волокна. Так, предпочтительная согласно изобретению смесь состоит в основном из

а) 30-60 вес.% сложноэфирного продукта формулы I,

б) 5-20 вес.% насыщенного или ненасыщенного, линейного или разветвленного C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-спирта, этоксилированного 5-15 этиленоксидными единицами, и

в) 20-50 вес. % диола вышеприведенной формулы II, весовые проценты рассчитаны на (готовую) смесь.

При препарации волокон с помощью сложноэфирных продуктов согласно изобретению или их смесей или смесей сложноэфирных продуктов согласно изобретению с другими известными средствами для препарации волокна они наносятся на волокно обычно в количестве 0,1-1 вес.%, предпочтительно в количестве 0,3-0,5 вес. %, проценты рассчитаны на вес (обрабатываемого) волокна. Материал волокна состоит преимущественно из сложных полиэфиров, полиамидов, полиакрилонитрилов, полиолефинов или их сополимеров. Нанесение средств согласно изобретению на материал волокна проводится преимущественно таким образом, что волокно опрыскивается средством или что волокно проводится через ванну, в которой находится средство как таковое или в виде преимущественно 10-30 вес.%-ного раствора, эмульсии или дисперсии.

Сложноэфирный олигомерный продукт согласно изобретению обладает рядом преимуществ. Он неожиданно хорошо биологически разлагаем. Это тем более удивительно, что речь идет о структурно сложных и относительно высокомолекулярных соединениях. Далее, только мало остатков образуется в процессах нагревания и полиуретаны набухают только очень слабо. При использовании в качестве средств для препарации волокна описанные сложноэфирные продукты обладают также требуемыми свойствами: они вызывают также особенно желаемую предохраняющую волокно эластичность. Таким образом, сложноэфирные продукты согласно изобретению и их смеси обладают одновременно преимуществами легкой биологической расщепляемости при незначительном набухании полиуретановых материалов, что связано с незначительном средством к остатку и требуемой предохраняющей волокно эластичностью под давлением. Поэтому они очень хорошо пригодны в качестве средств для препарации волокна, особенно в качестве текстурирующих препаратов и компонентов текстурирующих препаратов. Сложные олигоэфиры обычно водорастворимы или диспергируемы в воде.

Далее на примеры изобретение объясняется более подробно. Получение

сложноэфирных соединений согласно изобретению.

Пример 1. В реакционный сосуд с термометром, водоотделителем с обратным холодильником, мешалкой и оборудованием для нагревания помещали 600 г (1 моль) диола формулы II с R- изопропилен и x+y=12 (молекулярная масса 600), 50 г (0,5 моля) ангидрида янтарной кислоты и 0,9 г (0,14 вес.% в расчете на суммарный вес диола и янтарного ангидрида) смеси из п-толуолсульфокислоты и фосфорноватистой кислоты в весовом соотношении 1:0,5 в качестве катализатора. Загруженную смесь под атмосферой азота нагревали до 200°C и при температуре 190-210°C выдерживали при непрерывном водоотделении (примерно 6 часов), пока продукт этерификации не приобретал кислотное число примерно 0,7, и тем самым получали после охлаждения сложноэфирный олигомерный продукт согласно изобретению.

Примеры 2-16. Другие продукты согласно изобретению получали в аналогичных примеру 1 условиях реакции.

В табл.3 сведены примеры 1-16, причем приведены исходные соединения, диол и дикарбоновая кислота, использованное молярное соотношение диола к дикарбоновой кислоте и следующие свойства полученного сложноэфирного олигомерного продукта: кислотное число (КЧ), число гидроксильных групп (ЧГГ), число омыления (ЧО), индекс цвета по иодометрической шкале (ИЦИ) и вязкость (Вяз) в мПа·с при 20°C. Использование диолы обозначены в табл.3, например, как "PEG GOOPR" (пример 1) или "PEG 300 PR" (пример 3), что обозначает полиэтиленгликоль (PEG) с молекулярной массой соответственно 600 и 300, причем исходным соединением является изопропиленгликоль (PR). Обозначенные в табл.3 как "PEG 300 ET" (пример 5) или "PEG 600 ET" (пример 6) диолы являются полиэтиленгликолями (PEG) с молекулярной массой соответственно 300 или 600, причем исходным соединением является этиленгликоль (ET). Для использованных диолов приведена также еще сумма x плюс y согласно формуле II.

Испытание сложноэфирных соединений согласно изобретению с точки зрения средств для приготовления волокна.

Из полученных в примерах 1-16 сложноэфирных продуктов тестировали - характеризующие все другие - продукты из примеров 1,3 и 5 относительно набухания полиуретана, испарения и биологической расщепляемости; сложноэфирный продукт примера 1 тестировали также относительно текстурирования.

- Испытания на набухание полиуретанового материала ®Simritan 80 AU 991 (® = зарегистрированный товарный знак фирмы Freudenberg): определяли увеличения веса, которое наступило после выдерживания проб указанного полиуретана в течение 7 дней при 90°C в сложноэфирном продукте примеров 1, 3 и 5. Тест сравнения проводили с использованным в примере 1 диолом. Результаты приведены в табл. 3.

- Испытание на скорость испарения:

В тесте на выпаривание выдерживали, смотря по обстоятельствам, 1 г сложноэфирного продукта из примеров 1, 3 и

5 при 220°C и определяли потерю за 0,33 часа (20 минут) и 24 часа, выраженную в весовом проценте. Результаты приведены в табл. 2 и 3.

- Испытание на биологическую расщепляемость:

Биологическая расщепляемость определялась с помощью теста OECD-301E и теста OECD-302B (определение биологического удаления в зависимости от времени). В табл. 4 приведены наибольшие значения биологической расщепляемости через 28 дней для сложноэфирных продуктов из примеров 1, 3 и 5.

- Испытание пригодности в качестве текстурирующего препарата: Тест на текстурирование проводили с тремя продуктами согласно изобретению, а именно: со сложноэфирным продуктом по примеру 1 (продукт 1), со смесью из 85 вес. % сложноэфирного продукта по примеру 1 и 15 вес.% этоксилированного 8 молями этиленоксида жирного спирта (продукт 2) и со смесью из 30 вес.% сложноэфирного продукта по примеру 5, 20 вес.% этоксилированного 8 молями этиленоксида жирного спирта и 50 вес.% используемого по примеру 1 оксэтилированного диола (продукт 3), и для сравнения тестировали, кроме того, обычный полиоксипропиленгликоль и используемый по примеру 1 оксэтилированный диол.

Тестируемые продукты, смотря по обстоятельствам, наносили при прядении сложного полиэфирного волокна с помощью шестеренчатого насоса на волокно. Ниже, в частности, указаны условия тестирования и данные текстурирования:

- текстурирующая машина: Barmag FK 6/700

- титр спряденного волокна: сложный полиэфир, POY (предварительно ориентированное волокно) 260 деньетекс f 32 matt

- нанос: 0,35 вес.%

- скорость: 620 м/минуту

- веретено: фрикционный агрегат, керамические диски

- DR (степень вытяжки): 1,59

- D/Y (скорость окружности фрикционных дисков, деленная на скорость подачи волокна): 2,2

- температура обоих нагревательных устройств: 205 и 180°C

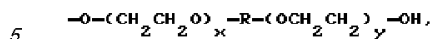
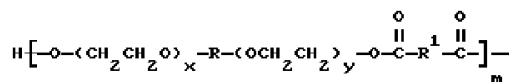
- T<sub>1</sub>/T<sub>2</sub> (натяжение нити перед агрегатом и натяжение нити после агрегата): 62 сн и 65 сн.

По тестам судили о том, сколько всего повреждений в виде течения, разрывов нитей и разрывов капилляров проявлялось на 100 км полученного волокна. В табл. 5 приведено число повреждений у тестированных продуктов.

Как показывают результаты тестирования, сложноэфирные продукты согласно изобретению обладают удивительной комбинацией свойств с точки зрения приготовления волокна.

### Формула изобретения:

1. Сложноэфирные соединения общей формулы I



где R является этиленовым остатком или однократно, или двукратно алкилзамещенным алкиленовым остатком с 2-4 атомами углерода в алкиленовой цепи и с метилом, этилом, пропилом или изопропилом в качестве алкильного заместителя;

x + y = 2 - 35, причем x и y ≠ 0;

R<sup>1</sup> является -(CH<sub>2</sub>)<sub>z</sub>-, где z = 0 или 1 - 12, целое число или является фениленовым или виниленовым остатком;

m = 1 - 30, целое число.

2. Соединения по п.1 общей формулы I, в которой R является этиленовым остатком или одно- или двукратно алкилзамещенным алкиленовым остатком с 2-4 атомами углерода в алкиленовой цепи и с метилом в качестве алкильного заместителя.

3. Соединения по п.1 общей формулы I, в которой R является этиленовым остатком, 1-метилэтиленовым остатком, 1-метилпропиленовым остатком, 2-метилпропиленовым остатком или 2,2-диметилпропиленовым остатком, x + y = 5 - 22, причем x и y ≠ 0, R<sup>1</sup> является -(CH<sub>2</sub>)<sub>z</sub>-, где z = 1 - 8, или фениленовым или виниленовым остатком, и m = 1 - 10.

4. Соединения по пп.1 - 3 общей формулы I, где R является 1-метилэтиленовым остатком.

5. Способ получения сложноэфирных соединений общей формулы по п.1, отличающийся тем, что осуществляют этерификацию диола общей формулы II HO-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>x</sub>-R-(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>y</sub>-OH, где R, x, y имеют приведенные значения, дикарбоновой кислотой общей формулы III HODC-R<sup>1</sup>-COOH,

где R<sup>1</sup> имеет приведенное значение,

и процесс проводят при молярном соотношении диола и дикарбоновой кислоты 1 : 0,25 - 1 при 170 - 230°C, при этом этерификацию проводят до получения продукта этерификации с кислотным числом менее 5.

6. Способ по п. 5, отличающийся тем, что диол и дикарбоновую кислоту вводят при молярном соотношении 1 : 0,45 - 1.

7. Способ по п.5 и/или 6, отличающийся тем, что этерификацию проводят при 180 - 210°C и кислотное число продукта этерификации составляет менее 3.

8. Средство для обработки волокна, содержащее сложноэфирное соединение, отличающееся тем, что оно в качестве сложноэфирного соединения содержит по крайней мере одно соединение формулы I по п.1.

9. Средство по п.8, отличающееся тем, что оно содержит 5 - 95% от массы средства, по крайней мере одного сложноэфирного соединения по п.1.

10. Средство по п.8, отличающееся тем, что оно содержит 30 - 60% от массы средства, по крайней мере одного сложноэфирного соединения по п.1.

11. Средство по п.8, отличающееся тем, что оно содержит в основном а) 30 - 60 мас.% по крайней мере одного сложноэфирного

соединения по п.1; б) 5 - 20 мас.%  
этоксилата с 5 - 15 этиленоксидными

звеньями C<sub>8</sub> - C<sub>18</sub>- спирта и в) 20 - 50 мас.%  
диола формулы II по п.5.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-7-

RU 2123997 C1

RU 2123997 C1

Таблица 1

Пример	Увеличение веса
1	7%
3	6%
5	6%
сравнение	15%

Таблица 2

Пример	20 минут	24 часа
1	5%	>90%
3	4%	>90%
5	3%	>90%

RU 2123997 C1

RU 2123997 C1



Таблица 3

Пример	Диол	Дикарбоновая кислота	Мол. соотношение: диол:дикарбоновая кислота	КЧ	ЧГТ	ЧО	ИЦИ	ВЯЗ
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	PEG 600 PR/x+y=12	янтарная кислота	1:0,5	0,7	80	88	<0,1	1085
2	PEG 450 PR/x+y=8,5	"-	1:0,5	0,7	111	116	<0,1	762
3	PEG 300 PR/x+y=5	"-	1:0,5	2,3	98	170	<0,1	708
4	PEG 1000 PR/x+y=21	"-	1:0,5	1,0	55	55	<0,1	1372
5	PEG 300 ET/x+y=5,8	"-	1:0,5	0,3	151	163	<0,1	715
6	PEG 600 ET/x+y=12,6	"-	1:0,5	0,4	81	90	<0,1	fest
7	PEG 600 PR/x+y=12	"-	1:0,45	0,6	88	80	<0,1	865
8	PEG 300 PR/x+y=5	"-	1:0,67	1,2	110	215	<0,1	1240
9	PEG 300 PR/x+y=5	"-	1:1	3,7	15	296	<0,1	>10000
10	PEG 600 PR/x+y=12	адипиновая кислота	1:0,5	1,2	83	77	0,4	908
11	PEG 600 PR/x+y=12	азелаиновая кислота	1:0,5	1,2	83	77	0,4	908
12	PEG 600 PR/x+y=12	глутаровая кислота	1:0,5	4,0	85	87	1,0	803
13	PEG 600 PR/x+y=12	малеиновая кислота	1:0,5	3,6	90	86	2,0	983
14	PEG 300 PR/x+y=5	щавелевая кислота	1:0,5	2,2	112	43	5,5	190
15	PEG 600 PR/x+y=12	фталевая кислота	1:0,5	1,9	77	91	5,6	1602
16	PEG 300 PR/x+y=5	терефталевая кислота	1:0,5	1,5	150	162	7,5	1614

Таблица 4

Пример	Тест OECD -301-E	Тест OECD -302B
1	80%	100%
3	64%	100%
5	71%	100%

Таблица 5

Тестируемый продукт	Число повреждений
Продукт 1	10
Продукт 2	8
Продукт 3	4
Полиоксиэтиленгликоль	21
Оксиэтилированный диол	260

RU 2123997 C1

RU 2123997 C1