

FORSCHUNGSBERICHT DES LANDES NORDRHEIN-WESTFALEN

Nr. 2990 / Fachgruppe Textilforschung

Herausgegeben vom Minister für Wissenschaft und Forschung

Prof. Dr. rer. nat. Giselher Valk

Dr. rer. nat. Ulrich Beines

Text.-Ing. (grad.) Sudhir Dugal

Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West e. V.

- Textilforschungsanstalt -, Krefeld

Systematisierung der Analytik  
von Faserbegleitstoffen mit  
Rücksicht auf deren Auswaschbarkeit



Westdeutscher Verlag 1980

CIP-Kurztitelaufnahme der Deutschen Bibliothek

Valk, Giselher:

Systematisierung der Analytik von Faserbegleitstoffen mit Rücksicht auf deren Auswaschbarkeit / Giselher Valk ; Ulrich Beines ; Sudhir Dugal. - Opladen : Westdeutscher Verlag, 1980.

(Forschungsberichte des Landes Nordrhein-Westfalen ; Nr. 2990 : Fachgruppe Textilforschung)

ISBN 978-3-531-02990-0      ISBN 978-3-322-88450-3 (eBook)

DOI 10.1007/978-3-322-88450-3

NE: Beines, Ulrich;; Dugal, Sudhir:

© 1980 by Westdeutscher Verlag GmbH, Opladen  
Gesamtherstellung: Westdeutscher Verlag

ISBN 978-3-531-02990-0

I n h a l t s v e r z e i c h n i s		Seite
A.	Zusammenfassung	VII
B.	Einleitung	1
C.	Stand der Forschung	2
1.	Aufgaben der Präparationen	2
2.	Einteilung der Präparationen	2
3.	Chemischer Aufbau von Präparationen	3
3.1	Niedermolekulare Präparationen	3
3.2	Hochmolekulare, filmbildende Präparationen	5
3.2.1	Präparationen auf Basis von Stärke und Stärkederivaten	6
3.2.2	Präparationen auf Basis von Cellulosederivaten	8
3.2.3	Präparationen auf Basis von Proteinen	9
3.2.4	Präparationen auf Basis von Acrylsäurepolymerisaten und -copolymerisaten	10
3.2.5	Präparationen auf Basis von Vinylacetatpolymerisaten und -copolymerisaten	11
3.2.6	Präparationen auf Basis von Maleinsäurecopolymerisaten	12
3.2.7	Präparationen auf Basis von Polyäthylenglykocopolymerisaten	13
4.	Zuordnung der Präparationen zu bestimmten Fasern	14
5.	Löslichkeit von Präparationen in wäßrigen Systemen	16
5.1	Niedermolekulare Präparationen	16
5.2	Hochmolekulare filmbildende Präparationen	16
6.	Industrielle Waschverfahren in wäßrigen Systemen	20
6.1	Auswaschen von Stärke und Stärkederivaten nach Abbau	20
6.1.1	Enzymatische Entschlichtung	20
6.1.2	Oxidative Entschlichtung	21
6.1.3	Alkalische Entschlichtung	21
6.1.4	Durchführung der Entschlichtung von Stärke und Stärkederivaten	22
6.2	Auswaschen von wasserlöslichen, dispergierbaren oder emulgierbaren Präparationen	23

	Seite	
6.2.1	Durchführung des Auswaschens von wasserlöslichen, emulgierbaren oder dispergierbaren Präparationen	24
7.	Analytische Untersuchungen an Präparationen	25
7.1	Quantitative Analysenmethoden	25
7.1.1	Gravimetrische Bestimmung durch Extraktion	25
7.1.2	Gravimetrische Bestimmung durch Extraktion und Waschbehandlung	30
7.1.3	Titrimetrische Bestimmungen	30
7.1.4	Photometrische Bestimmungen	31
7.1.5	Radiometrische Bestimmungen	31
7.1.6	Bestimmung durch Elementaranalyse	32
7.2	Qualitative Analysenmethoden	32
7.2.1	Nachweis von niedermolekularen Präparationen auf Fasern	32
7.2.2	Nachweis von niedermolekularen Präparationen in Extrakten	32
7.2.3	Nachweis von hochmolekularen Präparationen auf Fasern	33
7.2.4	Nachweis von hochmolekularen Präparationen in Extrakten	35
D.	Ergebnisse der Feststellung des Kenntnisstandes in der Textilveredlungsindustrie	39
E.	Problemformulierung	41
F.	Ergebnisse und Einzeldiskussionen	45
1.	Analytische Untersuchungen an niedermolekularen Präparationen	45
1.1	Qualitative Untersuchungen der Zusammensetzung von verschiedenen Handelsprodukten	45
1.2	Qualitativer Nachweis auf der Faser	47
1.3	Quantitative Bestimmung durch Extraktion	48
1.4	Quantitative Bestimmung von Paraffinkohlenwasserstoffen und äthoxylierten Addukten durch Tüpfeltests und anschließenden visuellen Vergleich mit Standardlösungen	49
1.5	Qualitative und quantitative Analyse von Extrakten	51
1.6	Diskussion der Ergebnisse	53

	Seite	
2.	Analytische Untersuchungen von hochmolekularen Präparationen	55
2.1	Qualitative und quantitative Analysen von verschiedenen Handelsprodukten	55
2.1.1	Diskussion der Ergebnisse	66
2.2	Qualitativer Nachweis auf der Faser	68
2.2.1	Diskussion der Ergebnisse	72
2.3	Quantitative Bestimmung durch Extraktion	73
2.4	Qualitative Analyse von Extrakten	79
2.5	Diskussion der Ergebnisse	83
2.6	Quantitative Überprüfung der Extraktionswirkung verschiedener Lösemittel	84
2.6.1	Diskussion der Ergebnisse	92
2.7	Quantitative Bestimmung von hochmolekularen, säuregruppenhaltigen Präparationen durch Anfärbung	95
3.	Untersuchung des Auswaschverhaltens von Präparationen	96
3.1	Auswaschverhalten von niedermolekularen Präparationen	96
3.2	Auswaschverhalten von hochmolekularen Präparationen	97
3.2.1	Einfluß der Temperatur	97
3.2.2	Einfluß der Flottenzusammensetzung	101
3.2.3	Einfluß der Waschzeit	108
3.2.4	Einfluß einer thermischen Vorbehandlung	110
4.	Übertragung der gewonnenen Erkenntnisse in die Praxis	112
G.	Zusammenfassende Diskussion der Ergebnisse im Hinblick auf die Systematisierung der Analytik unter Berücksichtigung der Optimierung von Waschprozessen	114
1.	Qualitativer Analysengang	115
2.	Quantitative Bestimmung	117
3.	Anwendung der Analytik auf Waschprozesse	119
4.	Schlußfolgerungen	122
H.	Experimenteller Teil	124
1.	IR-spektroskopische Untersuchungen	124
2.	Dünnschichtchromatographische Untersuchungen	124

	Seite	
3.	Gaschromatographische Untersuchungen	124
4.	Säulenchromatographische Untersuchungen zur Trennung von Paraffinkohlenwasserstoffen und äthoxylierten Addukten	126
5.	Hochdruckflüssigkeitschromatographische Analyse	126
6.	Tüpfeltests zum Nachweis von Präparationen auf der Faser	126
7.	Qualitative Untersuchungen von hochmolekularen Präparationen	128
8.	Quantitative Untersuchungen von hochmolekularen Präparationen	128
9.	Quantitative Extraktion	129
10.	Applikation und Messung der aufgenommenen Schlichte	130
11.	Quantitative Bestimmung von säuregruppenhaltigen Schlichten	131
12.	Durchführung der Waschversuche	132
13.	Quantitative Bestimmung von Äthoxylaten und Paraffinkohlenwasserstoffen in Extrakten	132
I.	Literaturnachweis	135
	Danksagung	146

A. Zusammenfassung

1. Ausgehend von der Feststellung des Kenntnisstandes in der Textilveredlungsindustrie wurde in dieser Arbeit ein systematischer Analysengang für die qualitative und quantitative Bestimmung von niedermolekularen und hochmolekularen Präparationen entwickelt. Geeignete Tüpfeltests, die einen einfachen und schnellen Nachweis von Äthoxylaten, Acrylsäurecopolymerisaten, Polyvinylalkoholen und Polyvinylacetaten erlauben, wurden erarbeitet.
2. Durch Sukzessivextraktion mit n-Pentan, Diäthyläther, Wasser und Methanol können gleichzeitig niedermolekulare und hochmolekulare Präparationen quantitativ bestimmt werden. Die beiden ersten Lösemittel extrahieren dabei nur die niedermolekularen Bestandteile, während Wasser und Methanol hochmolekulare Produkte lösen.
3. Vor der qualitativen Analyse von Extrakten muß bei Polyesterfasern das durch Trichloräthylen, Methylenchlorid, Benzol, Dioxan und Tetrahydrofuran extrahierte cyclische Trimere durch Ausschütteln mit Methanol oder Wasser abgetrennt werden. Elementaranalyse und Vorproben geben erste Hinweise auf die mögliche Extraktzusammensetzung. Die Anwendung der IR-Spektroskopie ermöglicht detaillierte Aussagen über den chemischen Aufbau der extrahierten hochmolekularen Präparation.
4. Von den in der Literatur beschriebenen Lösemitteln und Lösemittelsystemen sind für die quantitative Extraktion der niedermolekularen Präparationen auf Maschenwaren Trichloräthylen, das Lösemittelgemisch Methylenchlorid/Diäthyläther oder die sukzessive Anwendung von n-Pentan und Methylenchlorid geeignet. Das hierfür von der entsprechenden DIN-Norm vorgeschlagene Lösemittel Methanol extrahiert nur einen vergleichsweise geringen Teil der Präparationen. Bei Geweben, die außer niedermolekularen auch hochmolekulare Präparationen aufweisen, lösen von

den oben genannten Lösemitteln nur n-Pentan und Diäthyläther keine hochmolekularen Präparationen.

5. Durch Tüpfeln mit Dragendorff-Reagens können die häufig als niedermolekulare Präparationen vorkommenden Äthoxy- late auf der Faser nachgewiesen werden. Durch n-Pentan oder Diäthyläther lassen sich niedermolekulare Präpara- tionen extrahieren und durch dünn- schichtchromatographi- sche und IR-spektroskopische Methoden im eingeengten Extrakt nachweisen.
6. Für die quantitative Bestimmung von hochmolekularen Prä- parationen durch Extraktion gibt es kein Lösemittel oder Lösemittelgemisch, das alle hochmolekularen Präparationen gleich gut extrahiert. Durch vorherige qualitative Extrak- tion und Anwendung der Anfärbetests auf die extrahierte Probe ist ein geeignetes Lösemittel auszuwählen, das die jeweilige Präparation quantitativ extrahiert. Für Schichten auf Basis von Polyestern, Acrylsäure- und Acrylsäure-Vinylacetatcopolymerisaten haben Wasser und/ oder Methylenchlorid eine gute Extraktionswirkung, während gering acetylierte Polyvinylalkohole nur von Wasser gut gelöst werden.
7. Bei Polyacrylatschichten gelingt die quantitative gas- chromatographische Bestimmung der Acrylesterbausteine problemlos. Carboxygruppen- und Carboxylatgruppenkonzen- trationen können bei Abwesenheit von Ammoniumacrylat- bausteinen durch Titration bestimmt werden. In Gegenwart dieser Bausteine ist ein vorheriger Kationenaustausch notwendig. Die Stickstoffanalyse erlaubt eine quantita- tive Aussage über den Gehalt an Acrylnitril- oder Acryl- amidbausteinen. In Vinylacetatcopolymerisaten kann durch Umesterung mit p-Toluolsulfonsäure die Acetylgruppenkon- zentration durch potentiometrische Titration der bei dieser Reaktion freigesetzten Essigsäure gemessen werden.



8. Hochmolekulare Präparationen auf Polyesterfasern lassen sich durch Anfärben mit einem basischen Farbstoff, einem Reaktivfarbstoff und Tüpfeln mit Jod-Borsäure qualitativ schnell und einfach nachweisen. Durch visuellen Vergleich dieser Anfärbung mit Mustern bekannter Präparationsmittelaufgabe oder durch Extinktionsmessungen sind bei säuregruppenhaltigen Schichten quantitative Aussagen möglich. Schlichtezusatzmittel und niedermolekulare Präparationen stören diese Anfärbetests nicht.
9. Die hier erarbeiteten Analysenverfahren werden bei der Untersuchung des Auswaschverhaltens von Präparationen erprobt. Für eine Reihe von Handelsprodukten auf PES-Gewebe aus laufender Produktion werden die Waschbedingungen genannt, die ein vollständiges Entschlichten der Ware ermöglichen.
10. Für die Optimierung bestehender Waschverfahren ist eine qualitative und quantitative Analyse der Präparationsmittel und eventuell redeponierter Tenside vor und nach dem Waschen notwendig. Durch Sukzessivextraktion mit n-Pentan, Diäthyläther, Wasser und Methanol wird die Auflagenhöhe bestimmt. Für die Kontrolle des Waschwirkungsgrades in der laufenden Produktion, zum Studium des Auswaschverhaltens von verschiedenen Schichten und für die Einteilung von Rohwaren in Waschklassen sind die hier entwickelten Anfärbetests sehr gut geeignet.