

Deutsche Institute für Textil-
und Faserforschung Stuttgart
Institut für Textilchemie
Körschtalstr. 26

73770 Denkendorf

Denkendorf, den 14.04.2002

Forschungsvorhaben Nr. **BML 97NR093**

Forschungsthema:

**Reduzierung der Umweltbelastung im Pigmentdruck durch Verwendung
ökologisch verträglicher Rapsölemulsionen als Verdickungsmittel -
Teilvorhaben: Entwicklung des Emulgatorsystems**

Danksagung

*Wir danken der Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V. für die finanzielle
Förderung dieses Forschungsvorhabens (BML 97NR093), die aus Mitteln des
Bundesministeriums für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (BML) erfolgte.*

Abschluß des Vorhabens am 31.08.2001

Inhaltsverzeichnis	Seite
1. Einleitung und Stand der Wissenschaft und Technik	3
Projektziel	5
2. Ergebnisse	6
2.1. Charakterisierung konventioneller Flüssigformulierungen und Screening	6
2.1.1. Wassergehalt	6
2.1.2. Stabilität von Flüssigformulierungen	7
2.1.3. Rheologie	8
2.1.4. Drucktechnische Eigenschaften	11
2.1.5. Flüssigformulierung in Rapsöl	13
2.1.5.1. Vorversuche	13
2.1.5.2. Rezeptearbeitung und Eigenschaften	15
2.2. Herstellung von Flüssigformulierungen in Rapsöl durch Optimierung des W/O Emulgatorsystems	21
2.2.1. Optimierung im HLB-Bereich 3,7-4,3	22
2.2.2. Übertragung der Ergebnisse auf weitere Verdicker	30
2.2.3. Anwendungstechnische Prüfung	34
2.2.3.1. Rheologie der Flüssigformulierungen	34
2.2.3.2. Druckpastenherstellung und Druckpastenrheologie	34
2.2.3.3. Druckversuche	37
2.3. Optimierung und Anwendungstechnik	40
2.3.1. Optimierte Flüssigformulierungen von Verdicker	40
2.3.2. Verbesserung des Stabilität	41
2.3.3. Verwendung weiterer natürlicher Öle	42
2.3.4. Druckversuche mit verschiedenen Bindmitteln	43
2.3.5. Druckversuche mit Lefatex-Versuchsprodukten	45
2.3.6. Rotationsdruckversuche	47
3. Zusammenfassung	48
5. Literaturverzeichnis	49

1. **Einleitung und Stand der Wissenschaft und Technik**

Weltweit werden derzeit ca. 23 Mrd qm Stoff bedruckt, wobei der Pigmentdruck mit einem Anteil von mehr als 50% der Textildruckverfahren eine herausragende Stellung einnimmt und einem Druckpastenverbrauch von ca. 2,4 Mio Tonnen entspricht. Beim Pigmentdruck werden Farbpigmente zusammen mit Bindemitteln auf das Textil gedruckt und anschließend thermisch fixiert. Da beim Pigmentdruck nicht nachgewaschen wird, werden hohe Anforderungen an das Verdickungsmittel hinsichtlich der griffbeeinflussenden Eigenschaften gestellt. Die Verwendung herkömmlicher Quellkörperverdickungen, wie sie beispielsweise beim Reaktivdruck verwendet werden, ist bei diesem Druckverfahren nicht möglich, da die Einlagerung des Verdickers in den Bindemittelfilm eine negative Griffbeeinflussung der Textildrucke hervorrufen und zudem die Naßechtheit der Druckware entscheidend verschlechtern würde. Der beste Warengriff wird mit Emulsionsverdickungen und auf Basis von Mineralöl erhalten, die allerdings wegen ihrer hohen Emissionsbelastung und schlechten Umweltverträglichkeit als bedenklich einzustufen sind. Als Alternative bieten sich Halbemulsionen von körperarmen synthetischen Polymerisatverdickern (d.h. in Öl dispergierte/emulgierte Quellkörperverdickungen) an, die bereits in kleinsten Einsatzmengen ausreichende Verdickerwirkung zeigen und den Griff nur wenig beeinträchtigen. In den Homo- und Copolymerisaten von ungesättigten Säuren wie Acryl- und Maleinsäure fand man Polymere, die den Anforderungen z.T. entsprachen. Derartige Polymere werden wegen des besseren Handlings jedoch konventionell in umweltschädlichem Öl/Schwerbenzin emulgiert und kommen als sog. Halbemulsionen in den Handel. Trotz des relativ niedrigen Trockensubstanzgehalts dieser Verdickungsmittel kommt es allerdings immer wieder zu unerwünschten Griffbeeinträchtigungen, die zur Reklamation der Druckware führen und aufgrund des Schwerbenzinanteils hohe Emissionsbelastungen hervorrufen. Aus diesem Grund muß den Mineralölemulsionen, trotz der ökologischen Bedenklichkeit, immer wieder der Vorzug gegeben werden. Besonders kritisch ist insbesondere der Öl/Schwerbenzinanteil in den Halbemulsionen zu betrachten, da diese Verdickungsmittel überwiegend eingesetzt werden und somit wesentlich zur Emissionsbelastung beitragen.

Anstelle von Mineralöl wurden versuchsweise ökologisch verträgliche Öle auf Basis nachwachsender Rohstoffe zur Emulsionherstellung bzw. zur Dispergierung

der Quellkörperverdickungen eingesetzt, wobei herkömmliche und in der Textilveredlung gängige Emulgatorsysteme Verwendung fanden. Die so erhaltenen Halbemulsionen und Emulsionsverdickungen zeigten jedoch meist keine ausreichende Scher- und Lagerstabilität. Mangels verfügbarer Forschungskapazität seitens der Druckereibetriebe und THM-Hersteller konnten die erforderlichen Forschungsmaßnahmen nicht forciert werden, so daß sich der Kenntnisstand über diese ökologisch verträglichen Systeme bislang nicht erweitern konnte.

Die große Variationsbreite der Emulgiermittel auf Basis von Ethylenoxidaddukten bietet die Möglichkeit einer gezielten Anpassung der Emulgatoreigenschaften an das zu dispergierende Medium. Dabei werden die hydrophilen und lipophilen Eigenschaften des Emulgators durch den HLB-Wert repräsentiert $HLB = E/5$, wobei E die Gewichtsprozent des Polyethylenoxidanteils bedeuten (HLB=0 rein hydrophob; HLB=20 rein hydrophil). Während für O/W-Emulsionen ein HLB-Wert von 8-18 erforderlich ist, bedarf es für W/O-Emulsionen HLB-Werte von 3-6. Durch Einhalten dieser empirischen Kennzahlen und gezielter Veränderung der chemischen Grundstruktur des Emulgators (Fettalkohole, Fettsäuren, Verzweigungen etc.) können nun Emulsionen und Dispersionen unterschiedlicher Stabilität hergestellt werden, woraus sich Leitstrukturen für hochspezifische Emulgatoren ableiten lassen. Durch die Anwendung dieses Konzeptes auf Rapsöl lassen sich die erforderlichen Strukturmerkmale für den Emulgator ermitteln, wodurch das umweltschädliche Schwerbenzin ersetzt werden könnte.

Da bei diesem Druckverfahren noch überwiegend auf biologisch nicht oder nur sehr schwer abbaubare Mineralölemulsionsverdickungen und synthetische Polymerisatverdicker und Halbemulsionen zurückgegriffen werden muß, ergibt sich ein überaus interessantes Marktpotential für biologisch abbaubare Rapsölemulsionen und Emulgatoren. Die Verwendung von Rapsöl hätte nicht nur eine erhebliche Entlastung der Umwelt zur Folge, sondern bietet prinzipiell auch die Möglichkeit vollkommen neuer Druckartikel mit verbesserten Eigenschaften. Aufgrund des zunehmenden ökologischen Bewußtseins sowie der sich verschärfenden Gesetzeslage besteht für ökologisch alternative W/O-Emulsionen/Verdickungen und Halbemulsionen also ein überaus großer Bedarf, zumal derartige Systeme auch in anderen Veredelungsstufen Anwendung finden könnten.

Projektziel

Das Ziel des Projekts ist die Erforschung und Entwicklung biologisch abbaubarer Rapsölemulsionsverdickungen für den Pigmentdruck als Alternativen zu umweltschädlichen Emulsionsverdickungen auf Basis von Mineralölen. Der Schwerbenzanteil konventioneller Emulsions- und Halbemulsionsverdickungen soll durch umweltverträgliches Rapsöl ersetzt werden. Hierzu müssen geeignete Emulgatoren für Rapsöl gefunden werden, die den W/O-Emulsionen und insbesondere den Halbemulsionen die erforderliche Scher- und Lagerstabilität von herkömmlichen Mineralölemulsionen/-verdickungen verleihen. Mit Hilfe eines Screenings sollen hierzu die wirkungsvollsten Emulgatorsysteme für Rapsöl ermittelt und hinsichtlich ihrer Stabilität untersucht werden. Von großem wissenschaftlichem Interesse ist vor allem das Auffinden von chemischen Leitstrukturen hoher Wirksamkeit und das Zustandekommen dieser Effekte. Aufbauend auf diesen Untersuchungen können im Bedarfsfall wirksamere Emulgatoren synthetisiert werden oder aber auf hochwirksame naturstoffverwandte Verbindungen zurückgegriffen werden. Nach der Ermittlung geeigneter Emulgatorsysteme sollen Rezepturen für praxisrelevante Verdickeremulsionen/Halbemulsionen erarbeitet werden und die Verträglichkeit mit weiteren Druckpastenzusätzen bestimmt werden. Die drucktechnischen Eigenschaften dieser Druckpasten werden im Labor untersucht und charakterisiert. Im Anschluß daran soll das Anwendungsspektrum dieser neuartigen Verdickersysteme in kontinuierlichen praxisorientierten Druckversuchen bestimmt sowie das ökologische Verhalten charakterisiert werden. Das Ziel des Vorhabens ist somit die wissenschaftliche Erarbeitung der grundlegenden Zusammenhänge zwischen Emulgatorstruktur und der Stabilität von Rapsölemulsionen zum Zwecke der Verwendung von biologisch abbaubarem Rapsöl im Textildruck.

Das Forschungsvorhaben dient damit der Erweiterung des Einsatzspektrums pflanzlicher Öle und ihrer Derivate im Bereich Polymere, Lacke und Farben. Die ökologisch verträglichen Verdickersysteme sollen appliziert und hinsichtlich ihrer anwendungstechnischen Eigenschaften charakterisiert und optimiert werden.

2. Ergebnisse