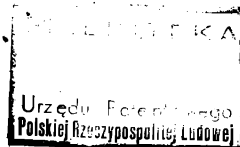


URZĄD PATENTOWY



D06 m 15/12



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36634

8k, 4
Kl. ~~20, 5~~

Bozel-Maletra Société Industrielle de Produits Chimiques

(Paryż, Francja)

Sposób wytwarzania środków nadających materiałom włókienniczym właściwości wodoodpornych trwałych w praniu oraz sposób napawania tych materiałów tymi środkami

Udzielono patentu z mocą od dnia 20 listopada 1948 r.

Pierwszeństwo: 26 kwietnia 1948 r. (Francja)

Proponowano już różne sposoby uodporniania tkanin na działanie wody, dotychczas jednak żaden znany sposób nie dozwalał na uzyskanie włókna, które byłoby równocześnie odporne na działanie wody, mocne, miało niezmienny kształt i którego właściwości wodoodporne nie zanikałyby przy praniu.

Stwierdzono, że można otrzymać w sposób prosty włókno równocześnie trwałe, niebiegające się oraz wykazujące właściwości wodoodporne, niewrażliwe na pranie w sposób znany (pranie polegające na gotowaniu w mydlinach i w węglanie sodu, stosowane zwykle przy praniu bawełny zwykłej, jedwabiu sztucznego, lub pranie chemiczne stosowane do wełny), skoro tkaninę lub materiały włókiennicze poddać działaniu środka impregnującego otrzymanego przez eteryfikację w środowisku słabo kwaśnym, alkoholem tłuszczowym jednowodorotelnym posiadającym więcej niż 10 atomów wę-

gla w cząsteczce, najkorzystniej 15 — 20 atomów, produktów kondensacji wytworzonych według patentu nr 36590 to jest przez kondensację amidu kwasu dwu- lub wielowartościowego, np. mocznika, melaminy, oksyamidu, w środowisku kwaśnym z glioksałem, a następnie z aldehydem mrówkowym w środowisku alkalicznym.

Środki otrzymane w sposób opisany ułatwiają znacznie pracę, gdyż stosuje się je w roztworze wodnym przy czym tkaniny napawane tymi środkami są odporne nie tylko na pranie zwykłe, lecz również na działanie kąpieli farbiarskich, wskutek czego środki te można stosować w dowolnym stadium wykańczania tkanin. Ponieważ traktowanie środkami przeprowadza się w środowisku słabo kwaśnym, nie powodują one żadnej zmiany zabarwienia ani też uszkodzenia włókna. Ponadto tkaniny uod-

porównie tymi środkami na działanie wody są przenikliwe dla powietrza.

Sposób wytwarzania środków według wynalazku polega na tym, że rozpuszcza się na ciepło w wodnym roztworze środka otrzymanego według sposobu opisanego w patencie nr 36590 z dodatkiem niewielkiej ilości, mniej niż 7%, na przykład rzędu 1%, środka emulgującego, najlepiej sulfonianu alkoholu tłuszczowego, po czym emulsję po zakwaszeniu eteryfikuje się taką ilością jednowodorotlenowego alkoholu tłuszczowego o ilości atomów węgla większej od 10, najlepiej C_{15} — C_{20} , np. alkoholu oktydecylowego, że tylko część grup metyloolowych może zostać zeteryfikowana przez alkohol, po czym po zakwaszeniu ogrzewa się mieszaninę pod chłodnicą zwrotną, mieszając silnie, tak długo aż reakcja zostanie zakończona. Po ochłodzeniu uzyskuje się białą-ciąstową substancję tworzącą łatwo emulsję z wodą destylowaną.

Jako środek emulgujący stosuje się sulfonian alkoholu użytego do eteryfikacji.

Można też pracować bez środka emulgującego. W tym przypadku miesza się wodny roztwór środka wytworzonego sposobem według patentu nr 36590 z rozpuszczalnikiem mieszającym się dobrze z wodą i mającym dobre właściwości rozpuszczania alkoholi tłuszczowych, nie reagującym z grupami metyloolowymi wyżej wspomnianych środków. Jako rozpuszczalniki mogą być użyte np. *N*-metylopyrolidyna, dwumetyloformamid, metyloformamid. Następnie z mieszaniny oddestylowuje się wodę, dodaje potrzebną ilość alkoholu tłuszczowego i wreszcie po zakwaszeniu, mieszaninę ogrzewa się przez kilka godzin. W ten sposób uzyskuje się środki prawie bezbarwne rozpuszczające się w wodzie i wytwarzające mleczną emulsję.

Ażeby emulsja z uzyskanych w ten sposób środków była trwała nawet przy użyciu wody twardej, pożądane jest dodanie do tych środków niewielkiej ilości środka emulgującego, który można wytworzyć na przykład przez kondensację 1 mola alkoholu oktydecylowego z około 20 moli tlenu etylenu. Ilość środka emulgującego jaką należy dodać, zależy od twardości użytej wody i jest tym większa im twardsza jest woda. Jako wskazówkę należy przyjąć, że do wody o twardości 20 — 40° dodaje się 0,5 do 1% wagowych środka emulgującego.

W celu osiągnięcia maksimum działania wodoodpornego, wskazane jest również dodanie do produktów kondensacji parafiny dostatecznie twardej, topniejącej na przykład w temperaturze 40 — 50°C. Można też dodać wosku naturalnego albo podobnego środka dobrze roz-

puszczającego się w alkoholach tłuszczowych i wykazującego silne działanie wodoodporne. Środki te utrwala się na włóknach i tworzą z nimi związki całkowicie odporne na wszelkie znane sposoby prania.

Traktowanie tkanin albo materiałów włókienniczych za pomocą środków wytwarzanych sposobem według wynalazku, prowadzi się w ten sam sposób jak opisano w patencie nr 36590. Z produktów kondensacji tworzy się mleczną emulsję z wodą, następnie dodaje się katalizatora np. azotanu amonu i emulsją tą napawa materiał włókienniczy np. tkaninę, po czym suszy się ją na powietrzu i ogrzewa suchy wyrób w temperaturze najkorzystniej 110 — 120°C, przez około 15 minut w celu zakończenia kondensacji produktu eteryfikacji na wyrobie włókienniczym.

Właściwości wodoodporne, nabyte przez materiały włókiennicze poddane takiej obróbce, są znacznie lepsze niż właściwości nabyte przez ten sam materiał za pomocą znanych środków.

W przypadku włókien celulozowych, uzyskuje się równocześnie z właściwościami wodoodpornymi, zmniejszenie pęcznienia i zwiększenie odporności na tarcie i całkowitą niezmienność kształtu (niezbieganie się).

Poniżej podany przykład objaśnia wynalazek nie ograniczając go:

Przykład: W 5,8 kg wodnego rozcieńczonego roztworu glicksalu rozpuszcza się 1,6 kg mocznika, po czym zakwasza się na przykład niewielką ilością stężonego kwasu solnego i ogrzewa mieszaninę aż do wrzenia. Gdy tylko glicksal zostanie związany, mieszaninę ochładza się. Białą osad dwumocznika glicksalu oddziela się i następnie miesza z zasadowym, wodnym roztworem 30% aldehydu mrówkowego po czym gotuje tak długo aż aldehyd zostanie związany według sposobu opisanego w patencie nr 36590.

W 5,3 kg roztworu wodnego, zawierającego około 50% produktu kondensacji otrzymanego w sposób powyżej opisany, rozpuszcza się mieszając, w temperaturze 70 — 80°C, 0,055 kg sulfonianu średnio stężonego, uzyskanego przez sulfonowanie alkoholu oktydecylowego za pomocą kwasu chłorosulfonowego, po czym mieszaninę zobojętnia się wodorotlenkiem sodowym. Następnie do tej mieszaniny dodaje się mieszając 0,54 kg alkoholu oktydecylowego, zakwasza kwasem octowym i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną mieszając energicznie aż do zakończenia eteryfikacji. W mieszaninie tej rozpuszcza się 0,75 części wagowych produktu kondensacji otrzymanego z około 20 moli tlenu etylenu i jednego mola alkoholu oktydecy-

lowego i dodaje parafiny o temperaturze topnienia 43 — 46°C. Jeszcze ciepłą mieszaninę przelewa się do aparatu emulgującego i wolno oziębia w nim aż do zwykłej temperatury. Po ostudzeniu masa powinna być jednorodna i wyglądem przypominać wazelinę.

Następnie przygotowuje się na zimno, mieszając z wodą o twardości 30°, mleczną emulsję, zawierającą na litr wody 50 gramów eteryfikowanego produktu kondensacji. W mieszaninie tej rozpuszcza się 20 gramów azotanu amonu, na litr mieszaniny, po czym zanurza się w niej obrabianą tkaninę i pozostawia przez kilka minut, przy czym roztwór miesza się. Następnie tkaninę wyżyma się tak, żeby zawierała tylko tyle roztworu, ile wynosiła początkowa waga włókna, suszy w temperaturze 80 — 90°C w strumieniu ciepłego powietrza, po czym wysuszoną tkaninę ogrzewa się jeszcze w czasie około 15 minut do temperatury około 120°C.

Jeżeli obrabianym materiałem tekstylnym jest na przykład tkanina z celulozy regenerowanej, to po obróbce w warunkach podanych w przykładzie, jest ona w dotyku miękka i welnista.

Właściwości wodoodporne, uzyskane przez obróbkę porównywano przed i po praniu z właściwościami uzyskanymi przez tę samą tkaninę, za pomocą najlepszych z dotychczas znanych sposobów uodparniania na wodę i ustalono co następuje:

Przed pierwszym praniem właściwości wodoodporne uzyskane za pomocą sposobu stanowiącego przedmiot wynalazku były około 9—10 razy większe niż właściwości uzyskane za pomocą najlepszych z dotychczas znanych sposobów. Po pięciu praniach przez wygotowanie w mydlinach z dodatkiem węglanu sodu, właściwości wodoodporne osiągnięte sposobem według wynalazku pozostały praktycznie wiaśszy bez zmiany podczas gdy działanie wodoodporne uzyskane za pomocą najlepszego z dotychczas znanych sposobów zmniejszyło się po jednym praniu w mydlinach z sodą i gotowaniu tylko w temperaturze 60°C do 1/12 wartości początkowej.

Nawet po 25 — 30 praniach przez wygotowanie, co prawdopodobnie w praktyce nigdy nie nastąpi, właściwości wodoodporne uzyskane za pomocą sposobu według wynalazku wynosiły ciągle jeszcze około 50% wartości początkowej.

W powyższym przykładzie zdolność pęcznienia spada po zastosowaniu obróbki z wartości początkowej aż do 50. Ta wielkość 50 nie zmienia się już przy dalszych praniach przez wygotowanie w mydlinach z węglanem sodu.

Właściwości wodoodporne i zdolność pęcznienia pozostają również niezmienione po ekstrakcji tkaniny trójchloroetylenem.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania środków nadających materiałom włókienniczym właściwości wodoodpornych trwałych w praniu, z produktu kondensacji otrzymanego sposobem według patentu nr 36590, znamieny tym, że produkt kondensacji eteryfikuje się w środowisku słabo kwaśnym jednowodorotlenowym alkoholem tłuszczowym zawierającym poniżej 10 atomów węgla w cząsteczce, najkorzystniej 15—20, oraz ewentualnie miesza go z innymi substancjami.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że eteryfikację prowadzi się w obecności środka emulgującego, np. sulfonianu alkoholu tłuszczowego, najkorzystniej alkoholu użytego do eteryfikacji.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że eteryfikację prowadzi się nie w obecności środka emulgującego, lecz w obecności środka dobrze rozpuszczającego alkohol tłuszczowy i produkt metylołowy a nie reagującego z grupami metylołowymi.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamieny tym, że do produktów eteryfikacji dodaje się pomocniczego środka emulgującego, np. otrzymanego z tlenku etylenu i alkoholu oktodecyłowego.
5. Sposób według zastrz. 1—4, znamieny tym że do produktów eteryfikacji dodaje się parafiny lub jednego albo więcej wosków naturalnych lub substancji podobnych, dobrze rozpuszczalnych w alkoholach tłuszczowych i wykazujących właściwości wodoodporne.
6. Sposób napawania wyrobów włókienniczych w celu nadania im właściwości wodoodpornych za pomocą środków wytwarzanych sposobem według zastrz. 1—5, znamieny tym, że materiał włókienniczy napawa się roztworem produktu kondensacji w obecności katalizatora, np. azotanu amonu, po czym wyżyma, suszy i ogrzewa w temperaturze najkorzystniej 110—120°C w ciągu około 15 minut.

Bozel - Maletre Société
Industrielle de Produits
Chimiques

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych