

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 144531 B

DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(21) Ansøgning nr. 4099/74 (51) Int.Cl.³ D 06 Q 1/04
(22) Indleveringsdag 31. jul. 1974 C 23 C 3/02
(24) Løbedag 31. jul. 1974
(41) Alm. tilgængelig 2. feb. 1975
(44) Fremlagt 22. mar. 1982
(86) International ansøgning nr. -
(86) International indleveringsdag -
(85) Videreførelsesdag -
(62) Stamansøgning nr. -
(30) Prioritet 1. aug. 1973, 7328614, FR

(71) Ansøger RHONE-POULENC-TEXTILE, 75008 Paris, FR.

(72) Opfinder Andre Arsac, FR.

(74) Fuldmægtig Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

(54) Fremgangsmåde til forbedring af de
antistatiske egenskaber af tekstil=
genstande fremstillet af polyamid.

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til forbedring af de antistatiske egenskaber af tekstilgenstande fremstillet af polyamid, tråde, der er beregnet til fremstilling af gulvbelægninger, såsom tæpper eller løbere, murbeklædninger og beklædningsgenstande.

Hvis disse genstande ikke har gode antistatiske egenskaber, bliver de meget hurtigt snavsede og tiltrækker støvpartikler, der er elektrisk ladet under indvirkning af gnidning, og som findes suspenderet i luften. Vedligeholdelsen er således vanskelig, idet støvpartiklerne forbliver på overfladen og kun vanskeligt kan fjernes. En anden ulempe består i, at en person, som netop har været i kontakt med en overflade, som ikke er antistatisk, ofte udsættes for afladninger hidrørende fra akkumuleringen af statisk elektricitet. Af sikkerhedsgrunde er det således nødvendigt at råde over genstande, som

UK 144531 B

udviser antistatiske egenskaber. Foruden den interesse, der er betinget af disse egenskaber, er de ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen fremstillede genstande af interesse, fordi man kan udnytte deres gode ledningsevne inden for et specielt område, nemlig fremstilling af varmelegemer, f.eks. i form af gulvbelægninger, loftbelægninger eller beklædningsgenstande.

En kendt metalliseringsfremgangsmåde består i, at man behandler genstandene med en opløsning af et metalsalt og derpå reducerer metalsaltet til metallisk tilstand ved behandling med et reduktionsmiddel. Metalafsætningen er imidlertid behæftet med den ulempe, som består i, at den sidder dårligt fast på den behandlede genstand. Man har foreslået forskellige metoder til afbødning af denne ulempe. I USA patentskrift nr. 3.058.845 beskrives således en fremgangsmåde, ved hvilken man sætter opkvædningsmidler til metalsaltbehandlingsbadet. I offentliggjort fransk patentansøgning nr. 2.002.131 beskrives en forbehandling til sensibilisering af overfladen på den genstand, som skal behandles, hvorved en metalkatalysator afsættes på tekstilets overflade, og dette derefter bringes i kontakt med et bad til kemisk overtrækning indeholdende metalioner. En anden - ligeledes kendt - fremgangsmåde, som f.eks. er beskrevet i USA patentskrift nr. 2.303.871 og 2.355.933 samt i offentliggjort fransk patentansøgning nr. 2.002.131 og 2.108.024, består i gennemførelse af en forbehandling af genstanden med et reduktionsmiddel, efterfulgt af behandling med en opløsning af et metalsalt, men for at disse behandlinger skal give gode resultater, er det nødvendigt at tilsætte metalsaltopløsningen et andet reduktionsmiddel eller udsætte den overflade, som skal behandles, for en forudgående aktiveringsfase.

Alle disse fremgangsmåder er komplicerede, idet der enten anvendes to behandlingsetaper, men med bade indeholdende forskellige produkter, eller mindst tre behandlingsetaper med den supplerende aktiveringsfase. Hertil kommer, at metallens vedhængning på den behandlede genstand ikke altid er fremragende.

Man har nu fundet frem til en enkel, økonomisk og hurtig fremgangsmåde, ved hvilken der tilvejebringes en metalafsætning, som sidder godt fast på den behandlede genstand.

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til forbedring af de antistatiske egenskaber af tekstilgenstande fremstillet af polyamid, hvorved disse genstande først behandles med et reduktionsmiddel og derpå med en ammoniakalsk sølvnitratopløsning, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved, at der som reduktionsmiddel anvendes en polyphenol, som samtidig virker som opkvædningsmiddel for polyamid, nemlig orthodiphenol, 1,4-diphenol eller 1,3,5-trihydroxybenzen, hvorved phenolen anvendes i form af en vandig opløsning indeholdende 1-30 vægt-% polyphenol, og behandlingen gennemføres ved en temperatur mellem stuetemperatur og 90°C .

De genstande, som kan anvendes ved gennemføringen af fremgangsmåden ifølge opfindelsen, kan foreligge i forskellige former, såsom fibre, kontinuerlige tråde, fibertråde, flosset materiale, film, vævet, strikket eller ikke-vævet materiale. Disse genstande vil helt eller delvis bestå af et hvilket som helst kendt passende polyamid, der kan danne tråde eller film, f.eks. polyamider fremstillet ud fra en aminosyre eller en lactam eller et derivat af denne - eller passende ækvimolære mængder af mindst en diamin og mindst en dibasisk syre eller et derivat af denne, hvorhos disse forbindelser kan være aliphatiske eller aromatiske. Man kan ligeledes anvende copolymerer, blandinger af disse polymere med polymere af samme eller anden type.

Genstanden behandles på følgende måde:

Genstanden udsættes for indvirkning af den omhandlede polyphenol ved imprægnering på kendt måde, f.eks. ved neddykning i den vandige opløsning, der indeholder fra 1 til 30 vægtprocent polyphenol. Anvendes en højere koncentration af polyphenol, er polyphenolens virkning for kraftig, idet den medfører en sønderdeling af polyamidet. Imprægneringen gennemføres som nævnt ved temperaturer mellem stuetemperatur og 90°C , dog fortrinsvis mellem 40 og 80°C . Derpå fjernes den overskydende polyphenol ved en hurtig skylning med destilleret vand ved 60°C eller ved anvendelse af kendt væskefjernelsesteknik.

Ifølge opfindelsen behandles genstanden derpå med en ammoniakalsk sølvnitratopløsning, der sædvanligvis indeholder 1-10 vægtprocent, fortrinsvis 2-3 vægtprocent sølvnitrat. Denne op-

løsning fremstilles på den klassiske måde, ved hvilken man tilsætter en sølvnitratopløsning ammoniakvand, således at den færdige opløsning indeholder mellem 3 og 4 mol ammoniak (fortrinsvis 3,5 mol) pr. mol sølvnitrat. Genstanden neddyppes i opløsningen, som sædvanligvis bringes en temperatur mellem 50 og 90°C. Neddypningstiden er variabel, og den kan være særdeles kort, f.eks. blot af størrelsesordenen nogle sekunder. Derpå skylles genstanden i rindende vand under omrøring, hvorefter den tørres på gængs måde.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen frembyder følgende fordele: Gennemføringen af fremgangsmåden er særdeles enkel, idet der kun kræves to behandlingsetaper, fremgangsmåden gennemføres hurtigt, idet reaktionstiden er kort, fremgangsmåden er økonomisk, idet de anvendte opløsninger har en ringe koncentration (endvidere kan polyphenolopløsningen endog genanvendes adskillige gange efter regenerering), endelig sidder den afsatte sølvbelægning særdeles fast på den behandlede genstand.

I det følgende illustreres fremgangsmåden ifølge opfindelsen nærmere ved en række eksempler.

Eksempel 1

Fibre af polyhexamethylenadipamid med 22 dtex (20 den) med en længde på 70 mm neddyppes i en vandig opløsning indeholdende 20 vægtprocent orthodiphenol ved 60°C i 1 minut. Badforholdet er 1/20. Derpå skylles fibrene med destilleret vand ved 60°C i 10 sek., hvorpå de tørres i 1 minut.

Derpå neddyppes fibrene i en 2,5 vægtprocent ammoniakalsk sølvnitratopløsning ved 60°C i 1 minut. Badforholdet er 1/20. Fibrene vaskes i rindende vand ved stuetemperatur i 2-3 minutter. Derpå tørres fibrene i et ventileret tørreskab ved 80°C i 1 time.

Fibrenes antistatiske egenskaber måles ved hjælp af et elektrometer af typen "Rotschild type R 1020" med hvilket man måler halvafladningstiden, dvs. den tid, der går til afladning til den halve spænding, for en prøve bestående af 1,5 g fibre, som forinden er opladet til 100 volt på følgende måde: På elektrometret fikseres den elektrode, som skal måle modstanden, man holder prøven mellem to klemmer og oplader denne til 100 volt og måler den tid i sekunder, som kræves til afladning af prøven til 50 volt.

Sammenligningsforsøg gennemført med prøver af fibre behandlet som ovenfor beskrevet ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen samt prøver af identiske fibre, der ikke er blevet behandlet, giver følgende resultater:

Halvafladningstid: Behandlet prøve: 0 sekunder
ubehandlet prøve: 645 sekunder.

De fibre, der er blevet forsølvet ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, besidder således langt bedre antistatiske egenskaber.

Eksempel 2

En kontinuerlig tråd af polyhexamethylenadipamid med 17 dtex (15 den), entrådet med trelappet tværsnit neddyppes i 10 minutter ved 60°C i en vandig opløsning indeholdende 20 vægtprocent orthodiphenol. Badforholdet er 1/20. Tråden skylles og tørres som beskrevet i eksempel 1, hvorefter den neddyppes i en 2,5% ammoniakalsk sølvnitratopløsning i 1 minut ved 60°C. Badforholdet er 1/20. Tråden vaskes og tørres som beskrevet i eksempel 1.

På et elektrometer af typen "Rotschild" måles den ladning af statisk elektricitet, som tråden modtager ved følgende metode:

Måleprincip:

Tråden oplades med statisk elektricitet ved dynamisk gnidning mod et fast legeme. Derpå rulles tråden op på en isoleret metaltrisse, som med en børste er forbundet til et elektrometer, som i volt viser potentielforskellen hidrørende fra opladningen.

Metode:

Den tråd, som skal afprøves, tages fra en forrådsspole og passerer gennem et organ med kløer, hvor den oplades med statisk elektricitet. Derpå opvikles den på en isoleret aluminiumstrisse udformet med en bakelitkerne anbragt mellem trissens overflade og trissens akse. En grafitbørste optager elektriciteten fra trissens ender og fører denne til elektrometeret. Elektrometeret oplades periodisk hvert ottende sekund, før det bringes i jordforbindelse. Denne opladningstid er tilstrækkelig til, at viseren stabiliserer sig og giver mulighed for aflæsning.

Driftsbetingelser:

Trådhastigheden ved opladningen er 300 meter/minut. Spærrespændingen er 10 g. Der arbejdes i en atmosfære, hvor temperaturen

ligger mellem 21 og 24°C ved en hygrometrisk tilstand mellem 45 og 55%.

Resultater:

Forsøgsresultaterne med den behandlede tråd, læst på et elektrometer efter periodisk indikation af en og samme værdi på skærmen (1-2 minutter) sammenlignet med resultater fra forsøg, hvor man anvender en identisk tråd, der ikke er forsølvet, er følgende:

Ladning: Behandlet tråd : 0 volt

ubehandlet tråd: 2000 volt.

Den behandlede tråd er ikke opladet og besidder således gode antistatiske egenskaber.

Eksempel 3

Man behandler en kontinuerlig tråd af polycaprolactam med 78 dtex (70 den) med 16 tråde på den i eksempel 1 angivne måde, men idet den vandige orthodiphenolopløsning dog indeholder 10 vægtprocent orthodiphenol. Man måler halvafladningstiden for tråden som beskrevet ovenfor. Resultaterne er følgende:

Halvafladningstid for den behandlede tråd: 0 sekunder

Halvafladningstid for ubehandlet tråd : 480 sekunder.

Eksempel 4

Man behandler fibre af polyhexamethylenadipamid med 22 dtex (20 den) med en mættet vandig opløsning af 1,3,5-trihydroxybenzen ved stuetemperatur i 2 timer. Badforholdet er 1/20. Fibrene vaskes ved 60°C med destilleret vand, hvorefter de tørres. Efter tørringen neddyppes de i en 10% ammoniakalsk sølvnitratopløsning i 2 timer ved stuetemperatur. Derpå vaskes fibrene, hvorefter de tørres, og man kontrollerer fibrene som beskrevet i eksempel 1. Resultaterne er følgende:

Halvafladningstid for behandlede fibre: 1 sekund,

halvafladningstid for ubehandlede fibre: 645 sekunder.

Eksempel 5

Man behandler fibre af polyhexamethylenadipamid med 22 dtex (20 den) med en vandig opløsning indeholdende 20 vægtprocent 1,4-diphenol ved en temperatur på 60°C i et minut. Fibrene tørres i

1 minut og neddyppes derpå i en 10 vægtprocents's ammoniakalsk sølv-nitratopløsning i 1 minut ved 60°C . Fibrene vaskes og tørres, og derefter undersøges fibrene som beskrevet i eksempel 1. Resultaterne er følgende:

Halvafladningstid for behandlede fibre: 0 sekunder,
halvafladningstid for ubehandlede fibre: 645 sekunder.

P a t e n t k r a v

Fremgangsmåde til forbedring af de antistatiske egenskaber af tekstilgenstande fremstillet af polyamid, hvorved disse genstande først behandles med et reduktionsmiddel og derpå med en ammoniakalsk sølvnitratopløsning, k e n d e t e g n e t ved, at der som reduktionsmiddel anvendes en polyphenol, som samtidig virker som et opkvædningsmiddel for polyamid, nemlig orthodiphenol, 1,4-diphenol eller 1,3,5-trihydroxybenzen, hvorved phenolen anvendes i form af en vandig opløsning indeholdende 1-30 vægt-% polyphenol, og behandlingen gennemføres ved en temperatur mellem stuetemperatur og 90°C.

Fremdragne publikationer:
