

URZĄD PATENTOWY
w WARSZAWIE 806m 15/52
OPIS PATENTOWY

Nr 29292.

Kl. 8 k, 3.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

**Sposób nadawania nieprzemakalności materiałom włóknistym i innym
pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego.**

Zgłoszono 9 listopada 1937 r.

Udzielono 8 października 1940 r.

Pierwszeństwo: 12 listopada 1936 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że materiałom włóknistym dowolnego pochodzenia w postaci luźnej lub przerobionej można nadawać nieprzemakalność trwałą na pranie napawając je roztworami produktów, które można otrzymać według patentu francuskiego nr 799 093. Produkty te otrzymuje się przez połączenie amin kwasów karbonylowych o co najmniej 8 atomach węgla w cząsteczce z aldehydem mrówkowym i SO_2 w obecności zasady trzeciorzędowej. Ponieważ wymienione produkty są w ogóle rozpuszczalne w wodzie, do traktowania materiału włóknistego można stosować roztwory wodne; produkty te mogą być jednak stosowane też w postaci emulsji

lub roztworu w rozpuszczalnikach organicznych.

Według wynalazku materiał włóknisty lub wytworzoną z niego przędzę albo tkaninę napawa się w temperaturze zwykłej albo podwyższonej roztworami lub emulsjami wymienionych substancji, nadmiar środka napawającego usuwa się przez wyżymanie lub odwirowywanie, poddaje się materiał suszeniu wstępnemu w temperaturach poniżej $70^{\circ}C$, po czym poddaje się go traktowaniu cieplnemu w temperaturach ponad $70^{\circ}C$.

Jako materiały nadające się do przeprowadzenia sposobu według wynalazku można wymienić np. produkty otrzymane

z amin lub mieszanin amin takich kwasów karbonowych, które są zawarte w naturalnych tłuszczach, olejach, woskach, żywicach w stanie soli lub w postaci estrów, np. aminę kwasu laurynowego, metyloaminę kwasu mirystynowego, butyloaminę kwasu palmitynowego, aminę kwasu stearynowego, etyloaminę kwasu behenowego, aminę kwasu oleinowego, kwasu montanowego, kwasu abietynowego, kwasu cerotynowego, aminy częściowo lub całkowicie uwodornionych kwasów z tłuszczów rybich, aminy uwodornionych kwasów z oleju sojowego; dalej nadają się produkty przemiany z amin takich kwasów karbonowych lub mieszanin kwasów karbonowych, które powstają przez utlenianie parafin, olejów mineralnych lub produktów uwodorniania węgla, smoły i paku. Oprócz tego wchodzi w rachubę produkty przemiany oznaczonego rodzaju, otrzymane przy zastosowaniu aminy kwasu fenylostearynowego, kwasu butylo-naftoesowego, cykloheksyloaminy kwasu butylofenylo-masłowego, anilidu kwasu trójbutylofenylooctowego, metyloaminy kwasu izo-oktylofenoksyoctowego, aminy kwasu izo - okta-decylofenoksypropionowego, kwasu dodecylo-cykloheksylo-masłowego, iminy kwasu izododecylenobursztynowego, amin chlorowcowanych tłuszczowych kwasów karbonowych, np. benzyloaminy kwasu 9,10-dwuchlorostearynowego. Produkty te, wymienione tu tytułem przykładu, można otrzymać również za pomocą innych sposobów opisanych w patencie francuskim nr 799 093.

Zasadami trzeciorzędowymi, nadającymi się do tej reakcji, są np. trójmetyloamina, trójetyloamina, trójpropyloamina, trójbutyloamina, trójetanoloamina, dwumetylowielooksyetyloamina, dwuetyloetanoloamina, eter dwumetyloaminoetylo-metylowy, dwumetyloanilina, dwuetylocykloheksyloamina, pirydyna, chinolina, *N*-metylopirolidyna, pirazyna, *N* - metylomorfolina,

N - *N'* - dwumetylopiperazyna, *N* - metyloiminoazolina, czterometylometylenodwuamina, czterometyloetylenodwuamina.

Szczególne korzyści można ewentualnie osiągnąć przez łączne zastosowanie innych środków nieprzemakalniających, np. parafiny, cerezyny, mrówczanu glinu, opisanych w patencie niemieckim nr 613 735 produktów addycyjnych z zasad trzeciorzędowych i eterów chlorowcetylowych o ogólnym wzorze

R. O. CH-chlorowiec



w którym *R* oznacza resztę węglowodorową o co najmniej 3 atomach węgla, a *R*₁ — wodór lub resztę węglowodorową, dalej z metyloamin wyższych kwasów karbonowych i ich pochodnych rozpuszczalnych w wodzie.

W niektórych przypadkach korzystne jest traktowanie wstępne materiałów włóknistych tlenkiem etylenu, epichlorohydryną, dwutlenkiem butadienu i podobnymi związkami zawierającymi w cząsteczce grupy zdolne do reakcji.

Przykład I. 10 części wagowych produktu otrzymanego przez połączenie aminy kwasu stearynowego, paraformaldehydu i dwutlenku siarki w pirydynie rozpuszcza się na gorąco w 50 częściach wagowych 50%-owego alkoholu, a otrzymany roztwór wlewa się do 2000 części wagowych wody zimnej. Otrzymuje się trwałą emulsję w postaci mleka; emulsją tą traktuje się materiał bawełniany w ciągu 10 minut. Następnie materiał dokładnie odwirowuje się, suszy i poddaje dojrzewaniu w ciągu jednej godziny w temperaturze 100°C. Bawełna w ten sposób traktowana wykazuje nieprzemakalność wybitnie odporną na pranie.

Przy traktowaniu jedwabiu sztucznego w podobny sposób korzystne jest pod-

wyższenie temperatury podczas traktowania dodatkowego do 130°C. Przez takie traktowanie osiąga się również podobne obniżenie zdolności włókna do pochłaniania wody.

Przykład II. Krepę z jedwabiu sztucznego przeprowadza się przez roztwór zawierający w 1000 częściach wagowych wody 10 części wagowych produktu kondensacji, wytworzonego przez działanie paraformaldehydem i dwutlenkiem siarki na aminę kwasu stearynowego w obecności *N*-metylomorfoliny. Materiał impregnowany wyżyma się, a następnie poddaje się go w ciągu 4 godzin dojrzewaniu w temperaturze 90 — 95°C. Tkanina w ten sposób traktowana wykazuje wybitną nieprzemakalność. Właściwość ta zostaje zachowana nawet i po praniu w temperaturze 50° — 60°C przy zastosowaniu mydła i sody.

Dojrzewanie można skrócić do mniej więcej $\frac{1}{4}$ godziny stosując przy dojrzewaniu temperaturę 130° — 140°C.

Przykład III. Gabardynę wełnianą traktuje się w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny w roztworze ogrzanym do temperatury 105° — 110°C, zawierającym w 1000 częściach wagowych czterochloroetanu 3 części wagowe parafiny i 12 części wagowych produktu kondensacji, otrzymanego z aminy kwasu montanowego, paraformaldehydu i dwutlenku siarki w obecności pirydyny; następnie tak potraktowany materiał wyżyma się i suszy w temperaturze 90° — 100°C. Otrzymuje się wybitnie nieprzemakalną tkaninę, która nie traci tej cennej właściwości po praniu 0,5%-owym roztworem mydła.

Przykład IV. Sztuczne włókna z każeiny podpuszczkowej poddaje się przez czas krótki w temperaturze mniej więcej 30°C działaniu par tlenu etylenowego, a następnie przeprowadza się przez kąpiel zawierającą w 1000 częściach wagowych wody 8 części wagowych produktu, wy-

tworzonego z etyloaminy kwasu izooktylofenoksyoctowego, paraformaldehydu i SO_2 w obecności dwumetyloaniliny, oraz 4 części wagowe produktu addycyjnego z eteru stearylochlorometylowego i eteru dwumetyloaminoetylometylowego. Włókna odwirowane suszy się uprzednio w temperaturze 50° — 60°C i poddaje jeszcze w ciągu jednej godziny dojrzewaniu w temperaturze 100° — 105°C. Włókna tak potraktowane stają się w wysokiej mierze nieprzemakalne, nie zwilżają się po rzuceniu na wodę i pływają na niej.

Przykład V. 25 części wagowych mieszaniny składającej się z równych ilości metyloaminy kwasu stearynowego i produktu kondensacji, wytworzonego z metyloaminy kwasu stearynowego, paraformaldehydu i SO_2 w obecności pirydyny, rozpuszcza się w 2000 częściach wagowych alkoholu. Do tego roztworu dodaje się 15 części wagowych kwasu mlekowego, a następnie napawa się roztworem tym krepę z jedwabiu sztucznego. Następnie materiał ten wyżyma się i ogrzewa w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny w temperaturze 135° — 140°C.

Przykład VI. Materiał bawełniany traktuje się w ciągu 15 minut 2%-owym wodnym roztworem produktu kondensacji otrzymanego przez oddziaływanie aldehydu mrówkowego, trójetyloaminy i SO_2 na aminę kwasu 9,10-dwuchlorostearynowego. Następnie materiał ten odwirowuje się, suszy w temperaturze 60° — 70°C, a następnie ogrzewa się w ciągu jednej godziny w temperaturze 110°C.

Przykład VII. Wełnę błonnikową (sztuczne włókna cięte) w postaci luźnej traktuje się w ciągu 15 minut wodnym roztworem zawierającym jeden procent produktu reakcji aminy kwasu stearynowego, aldehydu mrówkowego, SO_2 i pirydyny oraz jeden procent produktu reakcji metylochlorometyloaminy kwasu stearynowego i pirydyny. Następnie materiał od-

wirowuje się, poddaje w suszarni uprzedniemu suszeniu w temperaturze mniej więcej 65° — 70°C, po czym ogrzewa się go 30 minut w temperaturze 120° — 130°C. Po traktowaniu tym materiał staje się wybitnie nieprzemakalny.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób nadawania nieprzemakalności materiałom włóknistym i innym pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego przez napawanie ich roztworami lub emulsjami produktów kondensacji powstających według patentu francuskiego nr 799 093 z amin kwasów karbonowych o co najmniej 8 atomach węgla w cząsteczce przez działanie aldehydem mrówkowym i SO_2 w obecności amin trzeciorzędowych,

znamienny tym, że materiały impregnowane poddaje się, ewentualnie po wstępnym suszeniu w temperaturach poniżej 70°C, dojrzewaniu w temperaturach ponad 70°C.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do roztworów impregnujących dodaje się znanych środków unieprzemakniających.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że materiały poddawane obróbce traktuje się uprzednio tlenkami alkylenowymi.

**I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t.**

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.