

URZĄD PATENTOWY
w WARSZAWIE DOG 13/02
OPIS PATENTOWY

Nr 31914

Kl. 8 k, 3

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

Sposób nadawania zdolności odpychania wody materiałom włóknistym pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego włącznie ze sztucznymi włóknami z rozpuszczonej i ponownie strąconej celulozy oraz z organicznych estrów celulozy, zwłaszcza z acetylocelulozy

Zgłoszono 16 maja 1939

Udzielono 12 czerwca 1943

Pierwszeństwo: 17 maja 1938 dla zastrz. 1 i 2; 15 kwietnia 1939 dla zastrz. 3 (Niemcy)

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu nadawania materiałom włóknistym zdolności odpychania wody przy użyciu związków cyrkonowych.

Wykryto, że materiałom włóknistym rozmaitego pochodzenia można nadawać doskonałą i trwałą zdolność odpychania wody przez przesycanie tych materiałów związkami odpychającymi wodę, wybranymi z grupy złożonej z parafiny, wosku i tłuszczów, oraz przez działanie związkiem cyrkonowym, po czym materiał traktuje się kąpielą wodną, obojętną aż do zasadowej, dzięki czemu substancje hydro-

filowe zostają z materiału usunięte możliwie dokładnie, a wreszcie suszy się materiał w temperaturze podwyższonej.

Mówiąc najogólniej, wynalazek niniejszy można wykonywać z rozmaitego typu związkami cyrkonowymi, np. ze związkami, które dają mocno kwaśne roztwory albo rozproszyny w wodzie, jak np. oksy-chlorkiem cyrkonu, oksyazotanem cyrkonu oraz ich solami zhydrolizowanymi, rozpuszczalnymi lub rozpraszalnymi w wodzie, prócz tego siarczanem cyrkonu, octanem cyrkonu, acetoazotanem cyrkonu, mrówczanem cyrkonu itd. Ilość związków

cyrkonowych, jakiej należy użyć w procesie niniejszym, zależy nieco od pożądanego stopnia zdolności odpychania wody, jak to wiadomo specjalistom w tej dziedzinie; to samo dotyczy ilości parafin, wosków oraz (albo) związków tłuszczowych, jakie mają być użyte ze związkami cyrkonowymi. Oprócz związków cyrkonu mogą również być obecne związki innych odpowiednich metali, jak np. rozpuszczalne lub rozpraszalne związki glinu, chromu, toru, ceru, tytanu albo mieszanina związków metali, zawartych w piasku monacytowym. Dobry wynik otrzymuje się już przy wprowadzaniu na materiał włóknisty mniej niż 1% związku cyrkonowego; w razie potrzeby ilość tę można również zwiększać. W każdym zresztą razie ilości związku cyrkonowego potrzebne do uzyskaniażądanego wyniku są mniejsze od ilości stosowanych w znanych procesach obciążania materiałów jedwabnych.

Przesycanie materiału włóknistego substancją organiczną, odpychającą wodę, oraz związkami cyrkonu można wykonywać w temperaturze normalnej albo podwyższonej, np. w temperaturze 40—50°C. Substancje organiczne odpychające wodę najlepiej jest stosować w postaci wodnych emulsji, które można wytwarzać przez działanie odpowiednich środków emulgujących, jak np. mydła albo niemydlanego wysoce skutecznego syntetycznego środka emulgującego, jak np. produktów kondensacji związków alifatycznych o dużej cząsteczce w rodzaju alkoholu olejowego z nadmiarem tlenu etylenu (porównać patent niemiecki nr 605973), produktów kondensacji kalafonii i fenoli, potraktowanych nadmiarem tlenu alkylenu, alkylowanych fenoli potraktowanych tlenkiem etylenu (porównać patent francuski nr 823454), produktów kondensacji wyższych kwasów tłuszczowych z aminokwasami (porównać patent niemiecki nr 635522) itd. Wspomniane niemydlane syntetyczne

środki emulgujące są szczególnie odpowiednie przy pracy z tlenochlorkiem cyrkonu, oksyazotanem cyrkonu oraz z ich solami zhydrolizowanymi rozpuszczalnymi albo rozpraszalnymi w wodzie. W tym przypadku zdolność odpychania wody jest szczególnie dobra, jeżeli użyta ilość środka emulgującego jest możliwie mała, np. wynosi około 1 grama w litrze kąpieliprzesycającej.

Przesycanie materiału substancjami organicznymi, odpychającymi wodę, oraz związkami cyrkonu, można wykonywać w jednej albo kilku kąpielach. Suchy albo wilgotny materiał można traktować np. najpierw kąpielą zawierającą związek cyrkonowy, a następnie drugą kąpielą, zawierającą emulsję parafinową. Przy użyciu wyżej wspomnianych związków cyrkonu dających roztwory mocno kwaśne (np. tlenochloru cyrkonu, oksyazotanu cyrkonu oraz ich soli zhydrolizowanych rozpuszczalnych albo rozpraszalnych w wodzie) roztwory albo rozproszyny buforuje się do p_H wynoszącego około 3,8 do 4,2, np. przez dodawanie sodu, octanu sodowego, czteroboranu sodowego itd. Podobne wyniki otrzymuje się, jeżeli materiał przed przesycaaniem jednym z wyszczególnionych związków cyrkonu albo po nim traktuje się środkiem zobojętniającym, np. sodą, octanem sodu, czteroboranem sodu lub podobnym. Z drugiej strony, jak wspomniano wyżej, do kąpielii cyrkonowej można dodawać emulsji parafinowowoskowej lub podobnej. Szczególnie pomyślne wyniki z takimi kąpielami przesycającymi otrzymuje się przy użyciu tlenochloru cyrkonu, oksyazotanu cyrkonu oraz soli zhydrolizowanych rozpraszalnych albo rozpraszalnych w wodzie, tudzież jednego z wyżej wspomnianych wysoce aktywnych syntetycznych środków emulgujących. Rozumie się, że w kąpielii mogą być obecne również inne związki wykańczające, jak np. kalafonia, żywice syntetyczne itd.

Po przesycaeniu tymi związkami materiał najlepiej jest wyżąć albo odwirować i częściowo albo całkowicie wysuszyć. Następnie poddaje się go obróbce zasadami i (albo) wodą; obróbka ta stanowi ważny zabieg procesu według wynalazku niniejszego. Jej celem jest możliwie dokładne usunięcie z materiału wszelkich substancji hydrofilowych, jak np. rozpuszczalnych w wodzie elektrolitów, mydeł albo innych środków emulgujących. Obróbka zasadami daje lepsze wyniki we wszystkich przypadkach, to jest przy użyciu każdego rodzaju emulsji i związku cyrkonowego. Wykonywa się ją traktując materiał, najlepiej w podwyższonej temperaturze, wodnymi roztworami zasad (wodorotlenku sodowego, węglanu sodowego, amoniaku itd.), substancji reagujących zasadowo, jak czteroboranu sodowego, soli potasowców słabych kwasów organicznych, jak np. octanu sodowego, kwasu metyloaminoetanosulfonowego albo metyloaminooctowego itd. Podczas tej obróbki zasadowej wystarczy zwilżenie materiału nawskroś. Prócz tego zaleca się stosowanie zasad o niezbyt dużym stężeniu. Do kąpieli zasadowej można ponadto dodać małe ilości takich środków zwilżających, jakie można z łatwością usunąć przez płukanie wodą. Stosuje się np. roztwory, zawierające w litrze 3 g sody, albo 2,5 g amoniaku, oraz 0,1 g soli sodowej kwasu izobutylnaftalenosulfonowego. Po obróbce zasadami materiał płucze się wodą, aby usunąć zeń możliwie dokładnie substancje hydrofilowe. Można zaznaczyć w tym miejscu, że dobrze jest, jeśli od początku ilość elektrolitów i innych substancji hydrofilowych, wprowadzonych na materiał, nie jest zbyt duża, żeby je można było łatwo usunąć z materiału i żeby nie przeszkadzały one w procesie nadawania materiałowi zdolności odpychania wody. Wreszcie materiał znowu się suszy, co można skutecznie osiągnąć np. przez zwykłe prasowanie.

W innej odmianie wynalazku niniejszego obróbkę zasadową materiału przesyconego można pominąć, np. jeżeli materiał przesycono emulsją parafinową, woskową itd. wolną od mydła, oraz związkiem cyrkonu z grupy tlenochloru cyrkonu, oksyazotanu cyrkonu oraz ich soli zhydrolizowanych, rozpuszczalnych w wodzie lub rozpraszalnych w wodzie. W tym przypadku wystarczy, jeżeli przesycony materiał wypłucze się wodą, najlepiej w podwyższonych temperaturach.

Wynik zostaje polepszony, jeżeli materiał częściowo albo całkowicie wysuszy się pomiędzy przysycaniem a płukaniem.

Poniżej podano wskazówki, według których można nadać wszelkiego rodzaju materiałom włóknistym (np. bawełnie, sztucznemu jedwabowi i włóknom ciętym z wiskozy, celulozie miedziowoamoniakalnej oraz roztworom octanu celulozy, wełnie, jedwabowi, mieszanym materiałom z wyżej wspomnianych włókien przędzalniczych) doskonałą i trwałą zdolność odpychania wody. Wyniki są szczególnie dobre w porównaniu z materiałami nie traktowanymi dodatkowo za pomocą zasad i (albo) wody. Zdolność odpychania wody jest tak dobra, iż potraktowane materiały w wielu przypadkach wykazują tak zwany efekt „sperlania” to znaczy, że woda, natryskiwana na te materiały przesycone według wynalazku, będzie bezpośrednio spływała kroplami, nie pozostawiając nawet śladu na materiale. Wykończenia, odpychające wodę, wykazują poza tym szczególną odporność na traktowanie w stanie zwilżonym, np. na pranie. W większości przypadków zdolność odpychania wody zostaje zachowana bez znaczniejszej zmiany pomimo 5-ciokrotnego, a nawet i późniejszego prania mydłem lub sodą. Efekt ten jest poza tym odporny na dekatyzację i folowanie.

Korzystne może być podanie krótkiego opisu metod, za pomocą których efek-

ty odpychania wody, osiągalne według wynalazku niniejszego, można mierzyć ilościowo. Materiał, przeznaczony do zbadania, natryskuje się 1,5 l wody o temperaturze 25°C z wysokości 70 cm pod ciśnieniem 100 mm słupa rtęci. Mierzy się różnicę w ciężarze materiału przed zroszeniem i po nim i wylicza ją w procentach ciężaru początkowego. Im mniejszy jest przyrost ciężaru, tym lepsza oczywiście zdolność odpychania wody.

Sposób według wynalazku niniejszego opisano dokładnie w następujących przykładach nie ograniczających jego zakresu.

Przykład I. Lekki cienki materiał z wiskozowych włókien ciętych przesycą się emulsją wodną, zawierającą w litrze:

8 g parafiny i wosku,

4 g mydła oraz

25 g octanu albo mrówczanu cyrkonowego.

Po wysuszeniu w temperaturze 90°C materiał poddaje się w ciągu 10 minut w temperaturze 80°C obróbce zasadami za pomocą wodnego roztworu 3 g/l węgla sodowego, po czym starannie płucze się wodą i suszy.

Pochłanianie wody wynosi do:

33% po jednokrotnym praniu,

47% „ 5-ciokrotnym wypraniu oraz

110% w razie materiału nieobrobionego.

Przykład II. Farbowany materiał mieszany, złożony z bawełny i wiskozowych włókien ciętych, przesycą się emulsją zawierającą octan cyrkonu, jak opisano w przykładzie I. Po wysuszeniu w temperaturze 85°C tkaninę zanurza się na 10 sekund w kąpeli o temperaturze 90°C, zawierającej w litrze 2,5 g amoniaku oraz 0,1 g soli sodowej oleylometylotaury, następnie dobrze się płucze wodą i suszy.

Pochłanianie wody wynosi do:

18% po jednym praniu,

19% po 5-ciu praniach, podczas gdy

75% wykazuje tkanina nie obrobiona.

Przykład III. Materiał z włókien ciętych według przykładu I traktuje się emulsją zawierającą parafinę, wosk i mydło, w której rozpuszczono 24 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości 46% ZrO_2) w litrze. Następnie wyżyma się i prowadzi materiał szybko przez kąpiel zawierającą 0,6% octanu sodowego. Po wyżyciu materiału suszy się i traktuje go, jak opisano w przykładzie I.

Pochłanianie wody wynosi do:

34% po jednokrotnym praniu,

38% po 5-ciokrotnym praniu.

Przykład IV. Barwiony materiał wełniany przesycą się emulsją parafiny, wosku i mydła zawierającą 24 g tlenochloru cyrkonu (46% ZrO_2) w litrze. Następnie materiał odwirowuje się i zanurza na krótki przeciąg czasu w kąpeli zawierającej 10 g w litrze krystalicznego octanu sodowego. Po wyżyciu i wysuszeniu przesycony materiał zanurza się na 15 minut w kąpeli o temperaturze 45°C zawierającej 2,5 g amoniaku oraz 0,1 g soli sodowej oleylometylotaury w litrze. Po wypłukaniu wodą, wysuszeniu w podwyższonej temperaturze lub i wyprasowaniu jeszcze wilgotnego materiału pochłanianie wody wynosi do 20% oraz

16% po jednokrotnym praniu,

18% po 3-ch praniach oraz

11% po 5-ciu praniach, przy czym

102% pochłaniania stwierdzono w razie materiału nieobrobionego.

Przykład V. Farbowany materiał mieszany z wełny i wiskozowych włókien ciętych wziętych w stosunku 1:1 traktuje się emulsją parafiny, wosku i mydła zawierającą domieszkę 24 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości 46% ZrO_2) w litrze oraz doprowadzoną do wartości $p_H = 4,2$ przez dodanie węgla sodowego i octanu sodowego. Po wysuszeniu w temperaturze 85°C materiał zanurza się na 2 minuty do kąpeli o temperaturze 40°C zawierającej w litrze 2,5 g amoniaku oraz 0,2 g soli so-

dowej kwasu butylonaftalenosulfonowego. Następnie materiał płucze się dobrze wodą i suszy przez wyprasowanie.

Pochłanianie wody wynosi do:

8% po jednokrotnym praniu,

12% po 5-ciokrotnym praniu.

Przykład VI. Materiał z wełny celulozowej według przykładu I przesycą się emulsją parafiny, wosku i mydła zawierającą w litrze 25 g oksyazotanu cyrkonu i częściowo zobojętnioną za pomocą węglanu sodowego (1,4 g/l) oraz krystalicznego octanu sodowego (6 g/l). Po wyźęciu i wysuszeniu w temperaturze 95°C potraktowano materiał w ciągu 5 minut w temperaturze 90°C roztworem 3 g węglanu sodowego w litrze wody. Następnie materiał dobrze wypłukano wodą i wyprasowano.

Pochłanianie wody wynosi do:

23% po jednokrotnym praniu oraz

31% po 5-ciokrotnym praniu.

Przykład VII. Jeżeli w przykładzie VI zastąpi się oksyazotan 24 g/l siarczanu cyrkonowego, zobojętnionego za pomocą węglanu sodowego (10 g/l) oraz krystalicznego octanu sodowego (4,8 g/l) i potraktuje, jak opisano w przykładzie poprzednim, to pochłanianie wody wynosi do 27% po jednym praniu i do 38% po 5-ciu praniach.

Jeżeli oksyazotan cyrkonu zastąpi się cząsteczkowo równoważną ilością sol u wodorotlenku cyrkonu, wytworzonego np. przez dializę roztworu tlenochlorku cyrkonu (sol ten można stosować bez żadnego zabiegu zobojętniania), to pochłanianie wody wynosi do 27% po jednym praniu i 27% po 5-ciu praniach.

Przykład VIII. Lekki cienki materiał, złożony z wełny celulozowej, przesycą się, jak opisano w przykładzie III, i po wysuszeniu zanurza się w kąpieli zawierającej w litrze wody 3 g dwuwęglanu sodowego albo amonowego, albo 75 cm³ ługu sodowego, 2,5 g amoniaku, 3 g fosforanu so-

dowego, 3 g boraksu, 3 g cynianu sodowego. Następnie materiał dobrze pierze się wodą i suszy. Pochłanianie wody po kilku praniach wykazuje wartość podobną do wartości otrzymywanej według przykładu III.

Przykład IX. Materiał z wełny celulozowej przesycą się emulsją zawierającą parafinę, wosk i mydło, do której domieszono 24 g tlenochlorku cyrkonu oraz 12 g boraksu w litrze. Po wyźęciu i wysuszeniu w temperaturze 90°C materiał traktuje się przez 5 minut roztworem zawierającym 3 g węglanu sodowego w litrze wody. Następnie dobrze płucze się wodą i suszy. Tak otrzymana tkanina wykazuje szczególną miękkość w dotknięciu, nie malejącą po wielokrotnym praniu.

Pochłanianie wody wynosi do:

25% po jednokrotnym praniu,

27% po 5-ciokrotnym praniu.

Przykład X. Jedwab Schappe przesycą się emulsją parafiny, wosku i kleju zawierającą 24 g/l tlenochlorku cyrkonu częściowo zobojętnionego krystalicznego octanu sodowego (18 g/l). Następujące potem traktowanie amoniakiem oraz dalszą obróbkę wykonywa się, jak opisano w przykładzie V.

Pochłanianie wody wynosi do:

20% po jednym praniu,

22% po 5-ciu praniach.

Przykład XI. Luźno tkany materiał z wełny celulozowej przesycą się emulsją zawierającą w litrze 3 g parafiny, 2 g estru kwasu montanowego, 2,5 g olejanu amonowego oraz 24 g tlenochlorku cyrkonu (o zawartości 46% ZrO_2), którą następnie częściowo zobojętniono za pomocą 18 g krystalicznego octanu sodowego. Po wyźęciu i wysuszeniu na ciepło, materiał zwilża się roztworem o temperaturze 90°C zawierającym 3 g dwuwęglanu sodowego w litrze. Następnie wyżyma się go, dobrze płucze wodą i suszy w temperaturze 90°C.

Tak przesycony materiał wykazuje dobrą zdolność odpychania wody, nie ulegającą nawet najslabszemu osłabieniu po wielokrotnym praniu.

Przykład XII. Materiał z wełny celulozowej przesyca się emulsją zawierającą w litrze wody 7,5 g olejanu trójetanolowego, 3,2 g parafiny, 3,2 g ceryzyny, 2,8 g estru kwasu montanowego, 24 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości 46% ZrO_2) oraz 0,44 g glinu (w postaci wodorotlenku). Następnie materiał wyżyma się i przeciąga szybko przez kąpiel utworzoną z 0,6%-owego roztworu octanu sodu. Po wysuszeniu w temperaturze 90°C traktuje się materiał w ciągu 2 minut w temperaturze 80—90°C roztworem 3 g sody i 0,3 g soli sodowej oleylometylotauryny w litrze wody, po czym kilkakrotnie płucze się wodą i suszy w podwyższonej temperaturze. Pochłanianie wody sięga do 31% po jednokrotnym praniu i 39% po pięciokrotnym praniu.

Przykład XIII. Wilgotny materiał mieszany, złożony z bawełny i wiskozowych włókien ciętych, traktuje się w aparacie farbiarskim liggera emulsją zawierającą w litrze wody 20 g słabo kwaśnej wodnej emulsji parafiny (20%), kleju (8%), żelu wodorotlenku glinowego (6%), kalafonii (1%), 24 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości 46% ZrO_2) oraz 4 g octanu sodowego. Następnie materiał prowadzi się przez kąpiel utworzoną z 0,7%-owego roztworu octanu sodowego. Po wysuszeniu w temperaturze około 90°C materiał traktuje się gorącym 0,3%-owym roztworem węglanu sodowego, a następnie 0,1%-owym ciepłym roztworem mydła, po czym dobrze płucze się wodą. Tak przesycony materiał wykazuje doskonałą zdolność odpychania wody.

Przykład XIV. Materiał z wiskozowego jedwabiu sztucznego, potraktowany uprzednio 0,2%-owym roztworem mydła

i wypłukany, przesyca się w stanie wilgotnym emulsją opisaną w przykładzie XIII, z rozpuszczonym w niej dodatkiem 13,5 g boraksu. Po wyżęciu i wysuszeniu w temperaturze 85°C materiał traktuje się przez czas krótki 0,3%-owym roztworem węglanu sodowego w temperaturze 90—95°C, po czym przemywa się go kilkakrotnie wodą i suszy przez prasowanie.

Pochłanianie wody wynosi do:

32% po jednokrotnym praniu,

33% po 5-ciokrotnym praniu.

Przykład XV. Przygotowuje się następującą kąpiel przesycającą: 62,5 g emulsji, złożonej z 8% parafiny, 8% ceryzyny, 7,5% sztucznego wosku (estru kwasu montanowego), 2% środka emulgującego (otrzymanego przez kondensację alkoholu olejowego z kilkoma molami tlenu etylenu) oraz 75% wody, rozrabia się z 600 cm³ wody o temperaturze 70°C na pastę. Pastę tą dodaje się do roztworu 12 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości 46% ZrO_2) w 300 cm³ wody o temperaturze 70°C. W temperaturze 65°C do tej kąpieli wprowadza się mieszając 30 cm³ 10%-owego wodnego roztworu węglanu sodowego, po czym po ostudzeniu do 45°C — jeszcze 2 cm³ lodowatego kwasu octowego i 2,2 g krystalicznego octanu sodowego (20%-owego wodnego roztworu). Kąpiel wykazuje wtedy wartość $p_H = 3,9$.

W kąpieli tej traktuje się jeden z następujących materiałów włóknistych w temperaturze 45°C w ciągu 1 minuty: luźno tkany materiał wiskozowy z włókien ciętych, gładki nie barwiony materiał ze sztucznego jedwabiu wiskozowego, materiał ze sztucznego jedwabiu octanowego, świeżo strącone odkwaszone luźne włókna cięte z celulozy miedziowoamoniakalnej; barwiony gęsto tkany wełniany materiał popelinowy (materiał na płaszcze nieprzemakalne), cienki luźno tkany materiał wełniany, mieszany materiał złożony z wełny i wiskozowych włókien cię-

tych wziętych w stosunku 1:1 oraz materiału jedwabny Schappe. Następnie materiały wyżyma się i suszy w zwykły sposób. Przed pierwszym praniem materiały przeciąga się w ciągu 1 minuty przez wodę o temperaturze 95°C, przy czym zostają one natychmiast zwilżone; następnie płucze się je przez czas krótki wodą i suszy w suszarce w temperaturze 85—95°C w ciągu 30 minut. Tak przesycone materiały wykazują doskonały efekt sperlania wody, nie ulegający zmianie nawet po 5-ciokrotnym praniu; ponadto są one odporne na dekatyzację. Włókna cięte z celulozy miedziowo-amoniakalnej można folować przez 32 godziny, nie zmniejszając ich zdolności odpychania wody.

Obróbka gorącą wodą może być prowadzona również w temperaturach niższych, jednakże zaleca się stosować temperatury powyżej 80°C, ponieważ osiąga się w ten sposób szybsze zwilżenie materiałów.

Przykład XVI. Przygotowuje się następującą kąpiel przesycającą: 75 g emulsji zawierającej 12% ketonu z oleju tranowego (keton ten można otrzymać przez destylację wapniowych soli kwasów tłuszczowych oleju tranowego), 12% wosku sztucznego (estru kwasu montanowego), 0,3% sody, 1,4% środka emulgującego (jaki można otrzymać przez kondensację alkoholu olejowego z kilkoma molami tlenu etylenu) oraz wodę, rozrabia się na pastę z 250 cm³ wody o temperaturze 25°C. Z drugiej strony rozpuszcza się w 200 cm³ wody 12 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości 46% ZrO₂) w temperaturze 50°C i do tego roztworu dodaje się 30 cm³ 10%-owego roztworu węglanu sodowego i 2 cm³ roztworu lodowatego kwasu octowego. Po oziębieniu do 25°C do roztworu soli cyrkonowej mieszając wprowadza się roztwór wosku, a następnie dodaje do tego pół litra wody oraz 7,5 cm³ 20%-owego wodnego roztworu krystalicznego octanu

sodowego. Emulsja wykazuje wtedy p_H około 3,9.

Tą kąpielą, przesycającą traktuje się materiały, wyszczególnione w przykładzie XV; wiskozowe włókna cięte, sztuczny jedwab i bawełnę w ciągu 1 minuty, a materiały zawierające wełnę i jedwab — tylko w ciągu 10 sekund. Następnie materiały wyżyma się i suszy, z wyjątkiem jedwabiu, wystawiając je na powietrze w ciągu pół godziny, po czym materiały zanurza się w ciągu 1 minuty do gorącej wody o temperaturze 97°C, krótko płucze i suszy w suszarce w temperaturze 85—95°C w ciągu 30 minut. We wszystkich przypadkach osiąga się doskonały i trwały efekt sperlania, a poza tym materiały wykazują dobrą wytrzymałość podczas dekatyzacji. W przypadku sztucznego jedwabiu wiskozowego korzystne jest zupełne wysuszenie materiału przed poddaniem go traktowaniu gorącą wodą; w tym przypadku zdolność odpychania wody jeszcze bardziej wzrasta.

Przykład XVII. Przygotowuje się wodną emulsję parafiny zawierającą 10% parafiny, 10% cerezyny, 8,75% wosku sztucznego (estru kwasu montanowego), 5% kwasu olejowego, 0,7% wodorotlenku sodowego oraz 1,25% produktu kondensacji alkoholu olejowego z kilkoma molami tlenu etylenu. 50 g tej emulsji mieszając wprowadza się do 350 cm³ wody w temperaturze 50°C. Roztwór ten w temperaturze 45°C wprowadza się mieszając do roztworu 12 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości 46% ZrO₂) w 200 cm³ wody, po czym dodaje się 30 cm³ 10%-owego wodnego roztworu węglanu sodowego, 2 cm³ lodowatego kwasu octowego, 350 cm³ wody o temperaturze 25°C oraz 1,2 g krystalicznego octanu sodowego w postaci 20%-owego wodnego roztworu. Tak wytworzona kąpiel przesycająca wykazuje wartość $p_H = 3,9$. Zawartość kwasu olejowego nadaje początkowej emulsji parafi-

nowej dobrą trwałość i zmniejsza skłonność kąpieli do pienienia się.

W tak wytworzonej kąpieli zanurza się materiały włókniste, wspomniane w przykładzie I, na przeciąg 1 minuty w temperaturze 40°C, po czym wyżyma się je lak, iż materiał z wiskozowych włókien ciętych wykazuje przyrost ciężaru 115%, a następnie pozostawia się w spokoju w ciągu pół godziny. Materiały zanurza się wtedy w wodzie o temperaturze 95°C na przeciąg 1 minuty, krótko płucze wodą i suszy w ciągu 30 minut w suszarce w temperaturze 85—95°C. Wszystkie materiały tak przesycone wykazują wybitną i trwałą zdolność odpychania wody. Obróbkę wodą można wykonywać w temperaturze 70°C z podobnym wynikiem.

Przykład XVIII. Farbowaną satynę ze sztucznego jedwabiu octanowego przesyca się emulsją zawierającą w litrze wody 8 g parafiny i wosku, 4 g mydła i 24 g tlenochlorku cyrkonu i częściowo zobojętnioną przez dodanie octanu sodowego do $p_H=4,2$.

Materiał zanurza się następnie przez czas krótki (15 sek) w wodnej kąpieli o temperaturze 40°C, zawierającej w litrze 0,25 g amoniaku i 0,1 g soli sodowej oleylometylotauryny.

Następnie materiał starannie płucze się wodą i suszy.

Dzięki tej obróbce materiał nabiera bardzo trwałej zdolności odpychania wody.

Pochłanianie wody przez materiał przed praniem wynosi 3%, po pięciokrotnym praniu — 5%, to znaczy, że materiał praktycznie biorąc nie pochłania wody.

Effekt sperlania jest doskonały.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób nadawania zdolności odpychania wody materiałom włóknistym pochodzenia zwierzęcego lub roślinnego wyłącznie ze sztucznymi włóknami z rozpuszczonej i ponownie strąconej celulozy oraz z organicznych estrów celulozy, zwłaszcza z acetylocelulozy, znamienny tym, że materiały włókniste przesyca się w jednej lub dwóch kąpielach związkami odpychającymi wodę, jak parafiną, woskami, tłuszczami itd., a także związkami cyrkonu, ewentualnie w obecności środków rozpraszających w rodzaju mydła i przesycone materiały włókniste poddaje się takiej obróbce wtórnej, iż zawarte w nich substancje działające hydrofilowo, z rozpuszczalnymi w wodzie elektrolitami łącznie, zostają możliwie dokładnie z nich usunięte.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że przesycone materiały włókniste traktuje się roztworami związków reagujących zasadowo, korzystnie na ciepło, następnie płucze się dokładnie i wreszcie suszy.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że materiały włókniste przesyca się wolnymi od mydła emulsjami związków odpychających wodę i tlenochlorku cyrkonu, oksyazotanu cyrkonu względnie ich soli zhydrolizowanych rozpuszczalnych albo rozpraszalnych w wodzie, po czym przesycone materiały płucze się gorącą wodą i suszy na gorąco.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca; M Skrzypkowski
rzecznik² patentowy



40248

