

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

DO6m 13/40

Nr 29077.

Kl. 8 k, 3.

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

Sposób wytwarzania hydrofobowych włókien celulozowych.

Zgłoszono 9 maja 1936 r.

Udzielono 30 sierpnia 1939 r.

Pierwszeństwo: 11 maja 1935 r. (Niemcy).

Jak wiadomo, włókna celulozowe lub włókna z wodzianu celulozy, np. bawełna, jedwab sztuczny, włókna krajane, zwilżają się bardzo szybko przy stykaniu się z wodą. Właściwość ta jest bardzo szkodliwa przy stosowaniu włókien tych do wielu celów użytkowych.

Obeenie stwierdzono, że można wytwarzać hydrofobowe włókna celulozowe napawając włókna celulozowe związkami organicznymi, zawierającymi co najmniej jedną resztę alifatyczną lub cykloalifatyczną, składającą się przynajmniej z czterech atomów węgla, i mogącymi reagować z aldehydami, i poddając przygotowane włókna działaniu alifatycznych aldehydów lub dwualdehydów, np. aldehydu mrówkowego lub glioksalu.

Można również wcielać do włókien związki metylolowe w postaci pochodnych rozpuszczalnych w wodzie i przez obróbkę dodatkową wywoływać rozszczepianie się tych rozpuszczalnych w wodzie pochodnych na związki metylolowe względnie ich składniki.

Jako związki wchodzące w reakcję z aldehydem można stosować aminy tłuszczowe i aminy kwasów tłuszczowych, np. dodecyloaminę, heksadecyloaminę, aktodecyloaminę, oktodecenyloaminę, aminę kwasu abietynowego, aminę kwasu laurynowego, metylo- lub butyloaminę kwasu stearynowego, oktodecyloaminę kwasu stearynowego, dalej alkylomoczniki, np. mocznik jednoizobutyłowy, mocznik jednododecyłowy, mocznik jednooktodecyłowy, mocznik

nik stearoylowy, dalej etery imin lub amidy kwasów tłuszczowych. Prócz wyżej wspomnianych związków można stosować również pochodne fenolu, np. fenol dodecyłowy i dwuizohexylowy. Zamiast wymienionych produktów można stosować ich produkty przemiany z aldehydami alifatycznymi, np. ich związki metylolowe. W razie stosowania tych produktów staje się zbyteczne traktowanie następnie aldehydem mrówkowym; wystarcza wtedy tylko ogrzewanie dodatkowe.

Sposób można wykonywać np. tak, że włókna napawa się wpraw w roztworami wymienionych związków alifatycznych w rozpuszczalnikach organicznych, np. w pirydynie i acetonie, lub wodnymi emulsjami tych związków alifatycznych, potem się suszy i traktuje włókna np. aldehydem mrówkowym. Aldehydu mrówkowego można dodawać też do roztworów środków napawających, tak że staje się zbyteczne traktowanie dodatkowe aldehydem mrówkowym. W tym przypadku należy poddawać włókno tylko ogrzewaniu dodatkowemu, aby spowodować reakcję aldehydu mrówkowego ze środkami napawającymi i z włóknem.

W wielu przypadkach korzystne jest ogrzewanie dodatkowe w obecności substancji kwaśnej. W tym celu do wodnych emulsji dodaje się np. kwasu octowego, mlekowego lub kwaśno reagujących soli, np. kwaśnego siarczynu sodowego.

Włókna, przerobione w ten sposób, odznaczają się dużą odpornością na działanie wody, a nawet działanie gorących roztworów mydła. Materiał można poddać folowaniu, np. półgodzinnemu ogrzewaniu w temperaturze 50°C w roztworze 50 g mydła i 5 g sody w litrze, przy czym materiał nie traci swej hydrofobowości. Przez odpowiednie dostosowanie warunków pracy do materiału wyjściowego można nawet osiągnąć efekt, który bez widocznego obniżenia się wytrzymuje wie-

lokrotne pranie wrzącym roztworem mydła.

Przykład I. Suchy jedwab wiskozowy zanurza się na 5 minut w pięciokrotnej ilości roztworu pirydyny, zawierającego 5 — 10% mocznika oktodecyloheptadecylowego. Następnie daje się zbytecznemu roztworowi ściec, suszy, wkłada na 5 minut do 3,0%-owego wodnego roztworu aldehydu mrówkowego, odwirowuje, suszy i ogrzewa w ciągu 16 godzin w temperaturze 100°C. Zamiast traktowania roztworem aldehydu mrówkowego można też materiał włóknisty powiesić na pół godziny w temperaturze 110°C w komorze napełnionej parami aldehydu mrówkowego.

Przykład II. Suchy jedwab wiskozowy zanurza się na 5 minut w dziesięciokrotnej ilości wodnej emulsji, zawierającej 2% stearyloaminy, 7% kwasu mlekowego, 0,2% środka emulgującego, otrzymanego przez działanie tlenu etylenowego na alkohol oktodecyłowy, i 0,3% aldehydu mrówkowego. Następnie odwirowuje się, suszy i ogrzewa w przeciągu 6 godzin w temperaturze 110°C. Dodatkowe pranie jest zbyteczne.

Przykład III. Suchy jedwab wiskozowy zanurza się na 5 minut w pięciokrotnej ilości 5 — 10%-owego roztworu metyloloaminy kwasu stearynowego w pirydynie. Następnie odwirowuje się, suszy i ogrzewa w przeciągu 16 godzin w temperaturze 110°C.

Przykład IV. Suchy jedwab wiskozowy obrabia się w przeciągu 15 minut roztworem 5 g produktu kondensacji aminy kwasu stearynowego i wodnego aldehydu mrówkowego w litrze czterochloru węgla. Wyżyma się i suszy na powietrzu. Następnie traktuje się dodatkowo w temperaturze pokojowej w ciągu 15 minut roztworem 5 g kwasu mlekowego w jednym litrze wody, wyżyma, suszy w strumieniu powietrza i ogrzewa w przeciągu 2 go-

dzin w temperaturze 110°C. Na koniec do-
brze się płucze i suszy.

Przykład V. Niefarbowany lub farbo-
wany jedwab wiskozowy obrabia się roz-
tworem 5 g kwasu mlekowego lub gliko-
lowego w litrze wody, a następnie suszy.
Materiał, w ten sposób poprzednio spre-
parowany, traktuje się w ciągu 10 minut
w temperaturze 60 — 70°C nasyconym
roztworem produktu kondensacji aminy
kwasu montanowego i wodnego aldehydu
mrówkowego w czterochlorku węgla, wy-
żyma się, suszy i ogrzewa kilka minut w
temperaturze 140°C. W ten sposób otrzy-
muje się tkaninę hydrofobową.

Przykład VI. Farbowaną tkaninę z
jedwabiu sztucznego zanurza się w 2%-
owym roztworze oktodecyłowego estru
kwasu karbaminowego w chlorku metyle-
nowym, po upływie mniej więcej 10 mi-
nut wyżyma się i po ulotnieniu się roz-
puszczalnika prowadzi przez 5%-owy roz-
twór aldehydu mrówkowego zawierający
0,5% kwasu mlekowego. Następnie mate-
riał suszy się na ramie do napinania w
ciągu mniej więcej pół godziny w tempe-
raturze 105° — 110°C. Wykazuje on hy-
drofobowość nawet po praniu mydłem.

Zamiast jedwabiu wiskozowego mogą
być stosowane włókna celulozowe wszel-
kiego rodzaju, np. jedwab miedziowy,
sztuczne włókno cięte, bawełna, dalej mie-
szaniny z wełny i włókien celulozowych
oraz tkaniny z wymienionych włókien
i mieszanin włókien. Włókna lub materia-
ły można poddawać poprzedniemu oczysz-
czaniu lub odklejaniu.

Przykład VII. Wiskozowy jedwab
sztuczny porusza się w ciągu 1/2 godziny
w gorącym roztworze o temperaturze
105 — 110° 12 części wagowych produk-
tu kondensacji, otrzymanego z amidu kwa-
su montanowego z paraformaldehydem
i SO₂ w obecności pirydyny i 3 części wa-
gowych parafiny w 1000 częściach wago-
wych czterochloroetanu, wyżyma i suszy

w temperaturze 90 — 100°. Tkaninę o wy-
bitnych właściwościach hydrofobowych
można bez straty jej cennych właściwości
prać w 5%-owym roztworze mydła.

Przykład VIII. Przepraną i wysuszo-
ną tkaninę z wiskozowego jedwabiu sztucz-
nego przeciąga się przez czas krótki w
temperaturze zwykłej przez zawieszinę za-
wierającą w litrze wody 10 g metylołoa-
midu kwasu stearynowego i 6 g 73%-owego
kwasu mlekowego. Rozproszynę metylołoa-
midu kwasu stearynowego wytwarza się
w sposób następujący: 50%-ową pastę
wodną metylołoaamidu kwasu stearynowe-
go zarabia się około 5% produktu konden-
sacji otrzymanego z alkoholu oleyłowego
z 30 molami tlenu etylenowego i rozcień-
cza wodą do zawartości 20% metylołoa-
midu kwasu stearynowego. Następnie pastę
przerabia się w młynie lub w innym odpo-
wiednim aparacie. Po napawaniu odżyma
się nadmiar rozproszyny metylołoaamidu
kwasu stearynowego. Tkaninę suszy się
w odpowiednim urządzeniu w temperatu-
rze między 40 i 60°, po czym zaraz ogrze-
wa w ciągu 20 minut w temperaturze
135 — 140°. Tkanina, obrobiona w ten spo-
sób, posiada wybitne właściwości hydro-
fobowe, które po jedno- lub wielokrotnym
praniu jeszcze się polepszają.

Przykład IX. Krepe z jedwabiu sztucz-
nego, obrobioną uprzednio 0,5%-owym
roztworem kwasu mlekowego i wysuszo-
ną, umieszcza się w roztworze 15 części
wagowych metylołoaamidu kwasu abiety-
nowego w 1000 częściach wagowych czte-
rochloroetanu w temperaturze 105 — 110°,
po upływie około 20 minut wyżyma i w
temperaturze około 130° suszy w ciągu 3
godzin. Towar, obrobiony w ten sposób,
wykazuje dobre właściwości hydrofobowe,
które są odporne nawet na pranie we
wrzącym roztworze mydła.

Przykład X. 10 części wagowych związ-
ku metylołowego o konsystencji gęstej, o-
trzymanego za pomocą kondensacji w

obecności zasad z dodecylofenolu i aldehydu mrówkowego, rozpuszcza się w 1000 częściach czterochloru węgla. Roztworem tym napawa się w ciągu 20 minut towar z jedwabiu sztucznego, odwirowuje, a następnie ogrzewa w ciągu 10 godzin w temperaturze 110 — 120°. Tkanina, obrobiona w ten sposób, posiada dobre właściwości hydrofobowe, odporne na pranie mydłem.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania hydrofobowych włókien celulozowych lub zawierających je tkanin przez wytwarzanie na włóknie aldehydowych produktów kondensacji, znamienne tym, że włókna lub tkaniny napawa się roztworem lub rozproszyną amin tłuszczowych, amidów kwasów tłuszczowych, moczników, eterów imin kwasów tłuszczowych, amidyn kwasów tłuszczowych lub fenoli, zawierających co najmniej jedną resztę alifatyczną lub cy-

kloalifatyczną o co najmniej 4 atomach węgla i mogących reagować z aldehydami, ewentualnie w obecności kwaśno reagującego środka, po czym traktuje aldehydem alifatycznym, a następnie ogrzewa.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienne tym, że do napawania włókien stosuje się roztwory lub rozproszyny, które zawierają także aldehyd.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienne tym, że do napawania stosuje się produkty kondensacji wymienionych w zastrz. 1 związków organicznych z aldehydami alifatycznymi.

4. Odmiana sposobu według zastrz. 1 i 3, znamienne tym, że do włókien wciela się związki metylolowe w postaci pochodnych rozpuszczalnych w wodzie.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.