

URZĄD PATENTOWY
w WARSZAWIE
OPIS PATENTOWY

DOGw 11/64

Nr 30382

Kl. 8 k, 3

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

Sposób wykańczania tkanin

Zgłoszono 28 września 1938

Udzielono 4 lutego 1942

Pierwszeństwo: 29 września 1937 (Niemcy)

W przemyśle włókienniczym znane jest wiele sposobów, za pomocą których wprowadza się na materiał włókienniczy substancje trudno rozpuszczalne w wodzie, aż do nierozpuszczalnych. Można tu np. wymienić nadawanie zdolności odpychania wody przez wprowadzanie parafin, tłuszczów, wosków, żywic itd.; uodpornianie przeciwko gniciu się przez wprowadzanie materiałów żywicowatych; matowanie za pomocą pigmentów, jak siarczanu baru, dwutlenku tytanu itd.; barwienie barwnikami pigmentowymi oraz podobne sposoby. Materiały trudno rozpuszczalne aż do nierozpuszczalnych, wcielone w ten sposób do materiału włókienniczego, nie przylegają jednak doń mocno, lecz zostają po większej części lub całkowicie usunięte

już podczas zwykłego prania. Zwłaszcza nie są one odporne na gotowanie z mydłem i sodą. Jednak w wielu przypadkach jest rzeczą pożądaną, żeby wprowadzone materiały utrwały się na materiale włókienniczym tak, by były odporne na pranie i gotowanie.

Obecnie wykryto, że substancje trudno rozpuszczalne, aż do nierozpuszczalnych, jak parafiny, woski, żywice, tłuszcze, pigmenty itd., dają się utrzymywać na materiale włókienniczym trwale wobec prania i gotowania, jeżeli zaopatrzone w nie materiały włókiennicze potraktuje się roztworami tlenochloru cyrkonu, oksyazotanu cyrkonu albo ich produktami hydrolizy rozpuszczalnymi w wodzie, albo też rozproszynami lub emulsjami, zawierającymi takie

związki cyrkonowe. Osiąga się powyższe np. w ten sposób, że materiał włókienniczy, do którego włączono opisanego typu substancje trudno rozpuszczalne aż do nierozpuszczalnych, traktuje się następnie roztworami wspomnianych związków cyrkonowych albo rozproszynami lub emulsjami, które zawierają takie związki cyrkonowe. W niektórych przypadkach traktowanie roztworami związków cyrkonowych może być dokonywane również jednocześnie ze wcielaniem substancji trudno rozpuszczalnych aż do nierozpuszczalnych.

Proponowano już wcielać do materiałów włókienniczych substancje trudno rozpuszczalne albo nierozpuszczalne i stosować przy tym łącznie sole metali, jak np. sole cyrkonu. Jednakże sole cyrkonowe nie wykazują ogólnie właściwości takiego utrwalania wykończenia włókienniczego, by było ono odporne wobec prania i gotowania; okazało się bowiem, że działanie to wykazują tylko pewne specjalne związki cyrkonowe, zwłaszcza tlenochlorki cyrkonu, oksyazotany cyrkonu oraz rozpuszczalne w wodzie produkty hydrolizy, jakie z tych związków można otrzymać. Jednakże o tego rodzaju oddziaływaniu tych wyszczególnionych specjalnych związków cyrkonowych dotychczas nic nie było wiadomo.

Zgodnie ze sposobem według wynalazku można np. tkaninę, której nadano nieprzemakalność przez przesycenie parafiną lub woskiem, uszlachetnić w ten sposób, iż przesycenie staje się w znacznej mierze trwałe w praniu i gotowaniu. Postępuje się przy tym np. w ten sposób, że materiał potraktowany emulsją względnie roztworem parafiny albo wosku obrabia się wtórnie w temperaturze zwykłej albo podwyższonej roztworem wyszczególnionych wyżej związków cyrkonowych. Z drugiej strony można również do wodnych emulsji parafin, wosków itd. dodawać bezpośrednio

związków cyrkonowych, przy czym tak się dobiera ilości i warunki, żeby nie nastąpił rozkład emulsji. Emulsje parafinowe, woskowe itd. mogą przy tym zawierać takie dodatki, jak klej, oleinę, sole glinowe itd.

W szczególności można np. przesycać materiał włókienniczy najpierw w temperaturze pokojowej w kąpiel, zawierającej emulsję parafinową oraz jeden z wyżej wyszczególnionych związków cyrkonowych, po czym wyżyma się materiał, przeprowadza się go szybko przez wodny roztwór 1 g octanu sodowego w litrze, ponownie wyżyma i suszy w temperaturze między 60° a 100°C. Albo też kąpiel złożoną z parafiny i soli cyrkonowej można najpierw przez dodanie sody nastawić na odczyn słabo kwaśny wobec papierka kongo, następnie zbuforować za pomocą octanu sodowego, boraksu albo mieszaniny kwasu octowego i octanu sodowego do wartości p_H wynoszącej 4—3, po czym materiał przesycą się w tej kąpiel, następnie wyżyma i suszy w wyższej temperaturze, np. przez prasowanie. Obróbka parafiną, solą cyrkonową oraz octanem może być dokonywana również w 3-ch różnych kolejno po sobie następujących kąpielach.

Jako dalszy przykład sposobu według wynalazku można podać utrwalanie matoowania, osiąganego w zwykły sposób przez traktowanie materiałów włókienniczych, zwłaszcza jedwabiu sztucznego, pigmentami, nośnikami pigmentów i ewentualnie środkami rozpraszającymi. Takie zmatowanie można za pomocą dalszej obróbki roztworami wspomnianych związków cyrkonowych uodpornić zarówno na pranie, jak i gotowanie. Dalej należy rozważyć utrwalanie środków animalizujących, jak np. substancji azotowych o wielkiej cząsteczce, wcielanych do materiałów zawierających celulozę, albo apretur uodporniających na zginiatanie, stosowanych do uszlachetniania jedwabiu sztucznego. Również i wybarwienia, w których wprowa-

dzzone zostały na włókna względnie zostały na nich wytworzone barwniki nierozpuszczalne w wodzie, można uodpornić na pranie i gotowanie za pomocą obróbki wyżej podanymi roztworami związków cyrkonowych. Jeżeli np. wytworzone w zwykły sposób wybarwienie naftolowe AS przed mydleniem potraktuje się roztworem jednego z wyszczególnionych związków cyrkonowych, to podczas następującego później mydlenia odcień barwny prawie już nie ulega zmianie, wiadomo zaś, że bez obróbki cyrkonowej barwa znacznie jaśnieje podczas mydlenia.

Przykład I. Sztuczną wełnę błonnikową, ciętą z wiskozy, zanurza się w gorącym roztworze zawierającym 2,5 g parafiny twardej oraz 2,5 g oleju parafinowego w litrze czterochlorku węgla, odwirowuje się i odparowuje rozpuszczalnik w temperaturze 50 — 60°C. Następnie zanurza się tkaninę na przeciąg 5 minut w kąpeli o temperaturze 80 — 90°C, zawierającej w litrze wody 5 g krystalicznego tlenochlorku cyrkonu o zawartości 44% ZrO_2 oraz 2 g krystalicznego octanu sodowego. Następnie odwirowuje się i zanurza tkaninę na krótko w kąpeli zawierającej 6 g krystalicznego octanu sodowego w litrze wody. Po odwirowaniu i wysuszeniu w temperaturze 90 — 100°C tkanina nabiera trwałej właściwości odpychania wody w praniu i gotowaniu.

Zamiast tlenochlorku cyrkonu można również stosować taką samą ilość azotanu cyrkonu bez buforu octanowego albo też 20 cm³ solu wodzianu tlenku cyrkonowego o zawartości 9,4% ZrO_2 , otrzymywanego według przykładu IV patentu niemieckiego nr 582 682.

Przykład II. Zamiast parafiny w przykładzie I stosuje się na litr czterochlorku węgla 5 g produktu, otrzymanego przez kondensację chlorków kwasów tłuszczowych o dużej cząsteczce z aminami o dużej cząsteczce albo alkoholami, jak np. ste-

arylooktodecyloamidu, albo 5 g jednego z produktów kondensacji izocyjanianów o dużej cząsteczce z aminami tłuszczowymi o dużej cząsteczce albo alkoholami, jak np. dwuoktodecylouretanu, albo 5 g jednego z produktów kondensacji izocyjanianów o dużej cząsteczce albo chlorków kwasów tłuszczowych z takimi aminami i (albo) alkoholami, które posiadają dwie lub większą liczbę zdolnych do reakcji grup aminowych albo alkoholowych, jak np. produktu kondensacji izocyjanianu oktodecyłowego z etylenodwuaminą. Poza tym postępuje się jak w przykładzie I. Tkanina nabiera dzięki temu trwałej w praniu i gotowaniu zdolności odpychania wody.

Przykład III. Sztuczną wełnę błonnikową, ciętą z wiskozy, przesysa się emulsją parafiny albo wosku, zawierającą w litrze wody 7 g kwasu olejowego, 1,2 g trójetanoloaminy, 0,45 g wodorotlenku potasu oraz 3 g parafiny albo wosku. Przesyconą tkaninę przeprowadza się przez kąpiel, zawierającą w litrze wody 50 — 60 g krystalicznego tlenochlorku cyrkonu (o zawartości $ZrO_2 = 44\%$). Bezpośrednio potem prowadzi się tkaninę przez wyżymaczkę do kąpeli płuczącej, zawierającej w litrze 10 g krystalicznego octanu sodu. Wreszcie prowadzi się jeszcze raz tkaninę przez wyżymaczkę, a potem suszy ją w temperaturze 90 — 100°C.

Dzięki tej obróbce tkanina nabiera trwałej wobec prania i gotowania właściwości odpychania wody i wykazuje doskonały efekt sperlania kropel.

Przykład IV. Tkaninę ze sztucznej wełny błonnikowej zanurza się na czas krótki w emulsji, otrzymywanej przez wprowadzanie roztworu 7 części kwasu olejowego, 1,2 części trójetanoloaminy, 0,45 części wodorotlenku potasu, 3 części parafiny albo wosku i 88 części wody podczas mieszania do roztworu 12,5 części krystalicznego tlenochlorku cyrkonu (o za-

wartości $ZrO_2=44\%$) w 500 częściach wody. Następnie prowadzi się tkaninę przez wyżmaczkę i przez kąpiel płuczącą, do której można dodać na litr wody 10 g krystalicznego octanu sodowego, a potem znowu prowadzi się tkaninę przez wyżmaczkę i wreszcie suszy.

Jeżeli kąpiele utrzymuje się przez uzupełnianie ich w przybliżeniu w ich pierwotnym stanie nasycenia, to można tym sposobem przesycać tkaninę w postępowaniu ciągłym. Po wysuszeniu wykazuje ona zdolność odpychania wody trwałą w praniu i gotowaniu oraz bardzo dobry efekt sperlania kropel.

Przykład V. Tkaninę przesyconą handlową emulsją parafinowo-klejową zanurza się w roztworze, który zawiera w litrze wody 10 g krystalicznego tlenochloru cyrkonu (o zawartości $ZrO_2=44\%$) i do którego na litr wody można dodać aż do 4 g krystalicznego octanu sodowego, albo też w roztworze zawierającym w litrze wody 20 cm³ solu wodzianu tlenku cyrkonowego o zawartości 9,4% ZrO_2 , jaki można otrzymać przez dializę soli tlenku cyrkonowego albo według patentu niemieckiego nr 582 682 (przykład IV). Następnie prowadzi się tkaninę przez wyżmaczkę albo też dobrze się ją odwirowuje. Potem prowadzi się szybko tkaninę przez kąpiel płuczącą, do której można dodać małą ilość słabej zasady, np. 6 g krystalicznego octanu sodowego na litr wody. Po wyjęciu albo odwirowaniu suszy się tkaninę, która dzięki tej obróbce nabiera trwałej w praniu, gotowaniu, folowaniu oraz trwałej wobec kwasów zdolności odpychania wody.

Przykład VI. Tkaninę, zmatowaną w znany sposób dwutlenkiem tytanu, zanurza się na 5 minut w kąpeli o temperaturze 80 — 90°C, zawierającej w litrze 20 cm³ roztworu wodzianu tlenku cyrkonowego (o zawartości 9,4% ZrO_2), wytworzonego według patentu niemieckiego nr 582 682

(przykład IV), wyżyma się, płucze krótko w kąpeli, zawierającej w litrze wody 6 g krystalicznego octanu sodowego, znowu wyżyma i suszy w temperaturze 80 — 100°C. Jedwab sztuczny zachowuje efekt zmatowania nawet po obróbce letnią kąpielą mydlaną, a nawet podczas 10-cio minutowego gotowania w roztworze zawierającym 5 g mydła marsylskiego i 3 g sody w litrze wody.

Przykład VII. Tkaninę z wiskozy prowadzi się przez kąpiel, zawierającą w litrze 17 g niżej opisanej emulsji, oraz 12 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości $ZrO_2=46\%$), następnie prowadzi się przez wyżmaczkę do kąpeli, zawierającej w litrze wody 10 g krystalicznego octanu sodowego, wreszcie znowu przez wyżmaczkę. Następnie tkaninę suszy się.

Emulsię wytwarza się w następujący sposób: 8,8 części wagowych technicznego kwasu *n*-dodecylosalicylowego słabo alkalinizuje się trójetanoloaminą i rozcieńcza 20 częściami wody, a następnie dodaje się do cieplej mieszaniny, złożonej z 7,5 części wagowych kwasu olejowego, 4 części wagowych trójetanoloaminy, 4,5 części wagowych cerezyny oraz 3 części wagowych parafiny (o punkcie topnienia 52°C), dobrze rozrabiając, celowo w ugniatarce.

Tkanina po tym zabiegu wykazuje doskonały efekt sperlania wody, przepuszcza powietrze i jest pełna i miękka w dotknięciu. Podczas lekkiego prania w mydle i nawet podczas gotowania z mydłem i sodą efekt sperlania prawie nie pogarsza się.

Przykład VIII. Tkaninę mieszaną, złożoną z bawełny i sztucznej wełny błonnikowej ciętej (wistra), przesyca się emulsją, zawierającą w litrze wody 20,0 g słabo kwaśnej emulsji parafinowej (o składzie w przybliżeniu: parafiny 18%, kleju 8%, żelu z tlenku glinu 6%, kwasu mrówkowego 6%, kalafonii 1%, 24,0 g tlenochloru cyrkonu oraz 4,0 g octanu sodowego). Po wyjęciu zanurza się tkaninę na czas krótki

w 0,5%-owej kąpieli z octanu sodu, potem znowu się wyżyma i suszy w temperaturze około 100°C. Tkanina nabiera po tym zabiegu trwałej w praniu i gotowaniu zdolności odpychania wody.

Zamiast powyższej emulsji można z tym samym wynikiem stosować również inne emulsje parafinowe, zawierające sole glinu, np. zawierające mydła żywiczne.

Przykład IX. Tkaninę stosowaną w przykładzie VIII przesycą się emulsją, zawierającą w litrze wody 5,0 g olejanu sodowego, po 3,2 g parafiny i cerezyny, 2,8 g estru kwasu montanowego, a także 24,0 g tlenochloru cyrkonu (o zawartości $ZrO_2 = 46\%$); emulsję tę za pomocą octanu sodowego albo sody i octanu sodowego lub boraksu zobojętniono do wartości $p_H = 4,0 - 4,5$. Po wyżęciu i wysuszeniu w temperaturach powyżej 80°C tkanina wykazuje bardzo dobry efekt sperlania, który nie zanika nawet po wielokrotnym praniu w mydle.

Podobne efekty osiąga się zastępując parafinę albo cerezynę całkowicie lub częściowo ketonami albo alkoholami, jakie można wytwarzać z kwasu stearynowego, z kwasu tłuszczowego tranowego i podobnych kwasów tłuszczowych o dużej cząsteczce przez destylację soli wapniowych względnie następującą po tym redukcję. Również i takie materiały zostają za pomocą związków cyrkonowych utrwalone tak, iż stają się odporne wobec prania, dzięki czemu tkaniny nabierają trwałej w praniu zdolności odpychania wody.

Przykład X. Tkaninę wiskozową po pozbawieniu jej kleju, farbowaniu i wysuszeniu przesycą się na maszynie Foularda roztworem zawierającym w 100 litrach wody:

- 14 kg dwumetylolomocznika i
- 3,5 litra roztworu tlenochloru cyrkonowego (o zawartości około 10% ZrO_2), zobojętnionego octanem sodu.

Po wyżęciu suszy się tkaninę w zwykły sposób na ramach napinających, a następnie poddaje obróbce wtórnej w ciągu 10 minut w temperaturze 120°C. Otrzymuje się tkaninę bardzo odporną na gnienie się, a oprócz tego doskonale odpychającą wodę. Nawet po trzykrotnym praniu tkanina jeszcze bardzo dobrze sperla wodę i jest odporna na gnienie się.

Przykład XI. Na trójwałcowej maszynie Foularda traktuje się tkaninę mieszaną z bawełny merceryzowanej i włókien ciętych roztworem przesycającym, zawierającym w litrze wody:

- 80 g mocznika
- 190 g aldehydu mrówkowego i
- 30 cm³ roztworu wodzianu tlenku cyrkonowego o zawartości 9,6% ZrO_2 .

Do kąpieli przesycających można dodawać ponadto odpowiednich środków zmiękczających.

Przesyconą i wyżętą tkaninę suszy się na cylindrowej maszynie osuszającej i poddaje obróbce wtórnej w temperaturze 140°C przez 5 do 8 minut. Tak wykończona tkanina oprócz odporności na gnienie się wykazuje doskonałą zdolność sperlania wody. Pranie tkaniny nie wpływa praktycznie biorąc na obie te właściwości. Prócz tego tkanina wykazuje daleko posuniętą niekurczliwość.

Przykład XII. 50 kg przędzy Wollstra po wybarwieniu traktuje się w maszynie do przesycania przędzy roztworem, zawierającym w 100 litrach:

- 15 kg dwumetylolomocznika,
- 4 litry roztworu tlenochloru cyrkonu (o zawartości około 80 g ZrO_2 w litrze, zobojętnionego octanem sodu) i
- 1,8 kg 28%-owej emulsji parafinowej.

Przesyconą przędzę odwirowuje się do 85%-owego przyrostu wagi, a następnie suszy w temperaturze 65°C. Po przerobieniu na tkaninę, ostrzyżeniu przędzy runo-

wej, wykończeniu i obróbce wtórnej w temperaturze 120°C (przez 10 minut) otrzymuje się tkaninę dywanową o warstwie runa (szczotce), nadzwyczaj wytrzymałej na ucisk. Prócz tego tkanina jest nieprzemakalna względnie odpychająca wodę.

Przykład XIII. Mieszana tkaninę czesankową (otrzymaną z 45% wełny i 55% Cuprama) przesyca się jak w przykładzie X roztworem zawierającym:

15 kg dwumetylolomocznika i
3,8 litra roztworu wodzianu tlenku
cyrkonowego (o zawartości około 10% ZrO_2)

w 100 litrach. Do roztworu można dodać odpowiednich środków zmiękczających albo apreturowych.

Potraktowaną tkaninę po podsuszeniu poddaje się 10-cio minutowej obróbce cieplnej w temperaturze 125°C, następnie traktuje się parą względnie traktuje w prasie nieckowej i wykańcza. Otrzymuje się tkaninę doskonale pełną w dotknięciu, nie wsysającą wody i odporną na gnienie. Również po praniu efekt sperlania oraz wytrzymałość na gnienie nie znikają.

Przykład XIV. Tkaninę bawełnianą przesyca się emulsją, zawierającą 40 g octanu wielowinylowego, 2 g alkoholu wielowinylowego, 24 g tlenochlorku cyrkonu

(o zawartości 46% ZrO_2) oraz 10 — 15 g krystalicznego octanu sodowego w litrze wody. Po odwirowaniu suszy się. Tkanina nie traci apretury nawet przy wielokrotnym 20-minutowym gotowaniu z 5 g mydła i 3 g sodu w litrze wody, jak wynika z następujących danych:

Waga w stanie surowym	7,77 g
Waga po apreturze	8,54 g
Waga po pierwszym praniu	8,5 g
Waga po drugim praniu	8,5 g
Waga po trzecim praniu	8,5 g
Waga po czwartym praniu	8,5 g

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wykańczania materiałów włókienniczych, znamienny tym, że do materiałów włókienniczych wciela się substancje trudno rozpuszczalne aż do nierozpuszczalnych w wodzie i materiały te jednocześnie albo później traktuje się roztworami tlenochlorku cyrkonu, oksyazotanu cyrkonu albo ich rozpuszczalnych w wodzie produktów hydrolizy, albo też emulsjami lub rozproszynami zawierającymi takie związki cyrkonu.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy