

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningsskrift nr. 123640

Int. Cl. D 06 m 13/38 Kl. 8k-1/25

Patentsøknad nr. 154.706 Inngitt 9.9.1964

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.7.1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 27.12.1971

Prioritet begjært fra: 10.9.1963 Frankrike,
nr. 947061

COMPAGNIET DE SAINT-GOBAIN,
62, Boulevard Victor Hugo, Neuilly-sur-Seine (Seine),
Frankrike.

Oppfinner: Claude Renault, 187 Rue des Rabats,
Antony, Frankrike.

Fullmektig: Mag. scient. Knud-Henry Lund.

Fremgangsmåte for behandling av keratin-
holdige tekstilfibre for å motvirke
filtning av disse.

I fransk patent nr. 1.281.414 er det beskrevet en fremgangs-
måte for behandling av keratinholdige tekstilfibre, for å motvirke
filtning av disse, som består i at fibre behandles med vandige opp-
løsninger av alkalimetallsalter av isocyanur-N-diklorsyre, hvilken be-
handling utføres ved en pH-verdi i nærheten av nøytralitetspunktet.

Fremgangsmåten ifølge det nevnte patent som gir keratinhol-
dige tekstilfibre en utmerket motstandsevne mot filtning, består i at
det anvendes vandige oppløsninger av alkalimetallsalter av dikloriso-
cyanursyre. Riktignok blir bare en del av det aktive klor forbrukt i
løpet av behandlingen, og de benyttede oppløsninger må derfor - etter
anriking med salter - nyttes om igjen, for en ny behandlingsoperasjon.

I visse tilfeller er imidlertid denne arbeidsmåte lite tilfredsstillende. Den krever for det første en meget nøyaktig og temmelig hyppig kontroll av innholdet av aktivt klor i behandlingsbadet for at produktet skal kunne bli skilt fra badet i det øyeblikk da det ønskede forbruk av aktivt klor er blitt oppnådd. For det annet krever behandlingen med alkaliskalter av diklorisocyanursyre en etterfølgende fjernelse av klor og en spyling, hvilket enten medfører at materialet, fra det apparat hvori det er blitt behandlet mot filtnings, blir overført til et annet apparat, eller at oppløsningen av alkaliskalter av diklorisocyanursyre blir overført til tilknyttede reservebeholdere. Denne arbeidsmåte krever følgelig at det arbeides med apparater som er utstyrt med slike innretninger, som ikke alltid er vanlig anvendte i tekstilindustrien, eller endog at det må anvendes mange forskjellige apparater for en og samme behandlingsoperasjon. Denne siste arbeidsmåte bevirker en stans i materialets fremføring og at materialet må håndteres mellom den filtningsmotvirkende behandling og de etterfølgende behandlinger.

Fremgangsmåten i henhold til foreliggende oppfinnelse til behandling av keratinholdige fibre mot filtnings ved hjelp av et bad som inneholder alkalimetallsalter av N-diklorisocyanursyre, og det nevnte bad har en pH-verdi som ligger mellom 6,5 og 7 og inneholder 1-5% aktivt klor regnet på vekten av fibre, består i at det nevnte bad tilsettes 0,2 til 2,5% kaliumpermanganat i forhold til vekten av fibre og ved at behandlingen utføres til praktisk talt alt aktivt klor er forbrukt.

Vektforholdet mellom de behandlede tekstilmaterialer og behandlingsbadet ligger fortrinnsvis mellom 1 : 5 og 1 : 60.

Det fås en god filtningsmotvirkende virkning ved en behandling som varer fra 20 til 90 minutter og utføres med fordel ved en temperatur mellom 5 og 35°C, fortrinnsvis ved omgivelsenes temperatur.

Det kan være fordelaktig hvis man til blandingsbadet av alkaliskalt av diklorisocyanursyre og alkalipermanganat tilsetter et overflateaktivt stoff, som letter materialets impregnering med badvæsken. Det kan for dette formål anvendes anioniske, ikke-ioniske eller kationiske stoffer, og blant de kjente sådanne velger man slike som er stabile i det vandige behandlingsbad. Disse tilsatte overflatespenningsstoffer behøver ikke å ha noen innflytelse på behandlingsoppløsningenes stabilitet eller forøvrig på disse oppløsninger oppfør-

sel, like overfor de behandlede keratinholdige fibre. Blant slike tilsetningsstoffer kan som eksempler nevnes kondensater av etylenoksyd med laurinalalkohol.

Den mot filting motvirkende behandling avsluttes med en vanlig klorfjernebehandling, som samtidig fjerner det på fibre avsatte mangandioksyd. For dette formål kan man anvende vandig oppløsning av natriumbisulfitt og natriumhydrosulfitt, eller av et hvilket som helst i tekstilindustrien vanlig anvendt klorfjernemiddel.

Fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen kan anvendes for behandling av gjenstander som helt eller delvis består av keratinholdige fibre, f.eks. fibre i masse, som kjemmet eller kardet bånd, tråder, vevnader, strikkede og ellers ferdiggjorte gjenstander.

Tilsetningen av et alkalipermanganat til badet bevirker en økning av aktiviteten av oppløsningene av alkalimetallsalter av diklorisocyanursyre like overfor de keratinholdige fibre, hvilket medfører at det kan oppnås en meget god antifiltningsvirkning ved bruk av mindre konsentrerte saltoppløsninger, hvis innhold av aktivt klor blir meget lite eller lik null ved avslutningen av behandlingen. Fordele er innlysende; det blir ikke nødvendig å beregne noen mengde av etter behandlingen gjenvinnbart diklorisocyanursalt, eller å friske opp badet med beregnet mengde sådant salt for å benytte dette om igjen.

Det faktum at man i løpet av en teknisk brukbar tidslengde kan gjennomføre behandlingen under anvendelse av oppløsninger som har en lavere konsentrasjon av aktivt klor, bevirker at man oppnår en jevnere behandling. En annen fordel ved bruken av bad som inneholder en blanding av alkalimetallsalter av diklorisocyanursyre og av alkalipermanganat er den at det behandlede materiale ikke gulner; i enkelte tilfeller kan man endog observere at de keratinholdige fibre blir lysere.

De i det følgende beskrevne eksempler tjener utelukkende til å belyse oppfinnelsen, uten å begrense dennes område.

De nedenfor beskrevne forsøk ble utført med følgende tekstilmaterialer:

- a) bånd av kjemmet ull; titer 45 m/kg; australsk ull, kvalitet 100/105; midlere fiberdiameter 21.55 mikron.
- b) Bunter av kjemmet ull, kvalitet Nm 1/28, merinoull, ufarget, befridd for fett.

123640

4

Bedømmelsen av den behandlede ulls motstandsevne mot filtning foregikk på følgende måte:

a) For kjemmet bånd:

Fra båndet av kjemmet ull tas det ut et 23 cm langt stykke som ved begge ender og for hver fjerdedels lengde mellom disse ender knyttes med en bomullstråd. Avstandene mellom de ytterste knuter blir 21 cm når tilberedningen av prøvestykket er ferdig, og målingen skjer mens prøvestykket utsettes for en strekkpåvirkning av 100 g.

Prøvestykket blir deretter underkastet en valketest, som består i at det dyppes i en 1000 cm³ beholder, som inneholder 10 kautsjukkuler og 150 ml av en oppløsning som har følgende sammensetning:

såpe	5 g/l
natriumkarbonat	0,5 g/l
skummotvirkende emulsjon på silikonbasis	2 ml/l

Beholderen festes på et hjul som roterer med 44 omdr./minutt i et vannbad, som ved hjelp av en termostat holdes på 40°C.

Testoperasjonen varer i 15 minutter.

Deretter blir prøvestykket skyllet, avvannet og tørket i fri luft uten strekk. Man måler lengden mellom de ytterste knutene under et strekk på 100 g.

Motstandsevnen mot filtning representeres av krympningsprosenten, beregnet på følgende måte:

$$\% \text{ krympning} = \frac{(21 - L) \times 100}{21},$$

hvor L = prøvestykkets lengde etter avslutningen av valketesten.

Hos visse andre prøvepartier av kjemmet ull finnes det bunter av Nm 2/28, av hvilke man tar ut 18 tråder som kuttes av og knyttes sammen på samme måte som hos båndet av kjemmet ull, og som deretter underkastes den samme valketest. På denne måte kan man finne et forhold mellom den krympning som oppnås hos bånd av kjemmet ull og den som fås hos bunter, som er blitt fremstilt ut fra et sådant bånd.

b) For bunter av ullgarn.

Det arbeides som med bunter som er fått fra bånd av kjemmet ull; men her er de anførte prosentmengder angitt som prosentmengder i forhold til materialets vekt.

Eksempel 1

I 60 minutter behandler man, ved omgivelsenes temperatur, et kjemmet ullbånd av den under a) angitte art med en vandig oppløsning, som har følgende sammensetning:

natriumsalt av diklorisocyanursyre	2 % aktivt klor
kaliumpermanganat	2 %
overflateaktivt stoff erholdt ved kondensasjon av 9 mol etylenoksyd med 1 mol laurinalkohol	1 g/liter
pH-verdien	6,65

Materialet behandles i form av spoler i et sirkulerende bad, hvor vektforholdet mellom behandlet tekstilmateriale og bad er 1/13.

Etter denne behandling blir prøvene befridd for klor ved hjelp av en oppløsning av 7,5 % bisulfitt, 36° Be, og blir deretter skyllet.

Testforsøket med kjemmet ullbånd ga følgende resultater:

<u>Prøvestykker</u>	<u>Krymping i %</u>
Ubehandlet prøve	54
Ull behandlet ifølge eksempel 1	15

Hvis man på samme måte behandler tråder av Nm 2/28, får man en krympning på 2,8 % hos materiale som er blitt behandlet i henhold til eksempel 1, og på 55 % hos ubehandlet materiale.

Enn videre har det i henhold til dette eksempel behandlede materiale et godt grep, og det er blitt litt lysere i farge.

Eksempel 2

I 45 minutter behandler man ved omgivelsenes temperatur ulltråder av den under b) angitte art med en vandig oppløsning som inneholder:

123640

natriumsalt av diklorisocyanursyre 2 % aktivt klor
 kaliumpermanganat 2 %
 overflateaktivt stoff, fått ved kondensasjon av 9 mol etylenoksyd med 1 mol
 laurinalkohol 1 g/liter
 pH-verdien 6,65

Materialet behandles i form av spoler i et sirkulerende bad, hvor vektforholdet mellom tekstilmateriale og bad er 1 : 8.

Etter denne behandling blir prøvene befridd for klor ved hjelp av en 5 %'s bisulfittoppløsning og blir deretter skyllet.

Testresultatene var som følger:

<u>Prøvestykker</u>	<u>Krymping i %</u>
Ubehandlet prøve	42
Ull behandlet ifølge eksempel 2	4,8

Enn videre hadde det i henhold til dette eksempel behandlede materiale et godt grep og var blitt litt lysere.

Eksempel 3

I 60 minutter behandler man ved omgivelsenes temperatur spundne ulltråder av den under b) angitte art med en vandig oppløsning som har følgende sammensetning:

natriumsalt av diklorisocyanursyre 3 % aktivt klor
 kaliumpermanganat 2 %
 overflateaktivt stoff fått ved å kondensere 9 mol etylenoksyd med 1 mol
 laurinalkohol 1 g/liter
 pH-verdi 6,65

Materialet i form av bunter behandles i et apparat som vanlig kalles "buntbehandlingskar" og vektforholdet mellom behandlet tekstilmateriale og badet er 1 : 30.

Etter denne behandling blir prøvene underkastet en klorfjernelse ved hjelp av en oppløsning av 10 % bisulfitt 36° Be, og blir deretter skyllet.

Valkingstesten ga følgende resultater:

<u>Prøvestykke</u>	<u>Krymping i %</u>
Ubehandlet prøve	46,6
Ull behandlet ifølge eksempel 3	2,4

Enn videre hadde materialet som var blitt behandlet, et meget godt grep og var blitt betydelig lysere.

Patentkrav

Fremgangsmåte til behandling av keratinholdige fibre mot filtnings ved hjelp av et bad som inneholder alkalimetallsalter av N-diklorisocyanursyre, hvor det nevnte bad har en pH-verdi som ligger mellom 6,5 og 7 og inneholder 1-5 % aktivt klor regnet på vekten av fibre, k a r a k t e r i s e r t v e d at det nevnte bad tilsettes 0,2-2,5 % kalium-permanganat i forhold til vekten av fibre, og ved at behandlingen utføres til praktisk talt alt aktivt klor er forbrukt.

Anførte publikasjoner:

Norsk patent nr. 111.972
Britisk patent nr. 891.217
Tysk utl. skrift nr. 1.126.838, 1.157.194