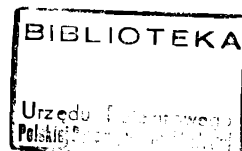


2
Warszawa, 18 października 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 25379.

Kl. 8 k, 3.

Färberei-Aktiengesellschaft vormals E. Stolte Nachfolger & Wm. Missy
(Krefeld, Niemcy).

Sposób nadawania właściwości odpychania wody materiałom włóknistym.

Zgłoszono 30 kwietnia 1936 r.

Udzielono 26 sierpnia 1937 r.

Pierwszeństwo: 2 maja 1935 r. dla zastrz. 1, 3, 4, 5, 10; 18 maja 1935 r. dla zastrz. 2; 10 października 1935 r. dla zastrz. 6, 7; 28 grudnia 1935 r. dla zastrz. 9; 19 lutego 1936 r. dla zastrz. 8 (Niemcy).

W celu nadania właściwości odpychania wody materiałom włóknistym, np. bawełnie, jucie, lnu, konopiom, jedwabowi sztucznemu albo innym sztucznym włóknom z celulozy, proponowano w ostatnim czasie szereg sposobów, polegających na powierzchniowym zestryfikowaniu włókien chlorobezwodnikami lub bezwodnikami wyższych kwasów tłuszczowych.

Sposoby te posiadają tę zaletę, iż nie wymagają stosowania roztworów wodnych. Dzięki temu unika się zniekształcenia i spłaszczenia wyrobu.

Obecnie stwierdzono, iż przez traktowanie wyrobów włóknistych, zawierających celulozę, estrami kwasu izocyjanowego szereg alifatycznego, które otrzymuje

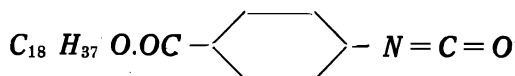
się przez rozkład Curtiusa chlorków kwasowych, uzyskuje się doskonałe wyniki. Celuloza tworzy z estrami izocyjanowymi odpowiednie estry kwasu karbaminowego. Również przy traktowaniu wełny sposób według wynalazku okazał się bardzo skuteczny, przy czym powstają podstawione pochodne mocznika.

W rachubę wchodzi przede wszystkim estry kwasu izocyjanowego szeregu alifatycznego, zawierające co najmniej 10 atomów węgla w cząsteczce, np. izocyjanian decylowy, heksadecylowy, heptadecylowy, henoikocylowy i t. d., które otrzymuje się sposobami, podanymi w „Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft” 42, rocznik 1909, tom 3, strona 3359 (pra-

ca Schrötera o przekształceniach). Reszta alifatyczna może składać się z normalnego albo rozgałęzionego łańcucha węglowego. Ponadto, nadają się do tego celu izocyjaniany, otrzymane przez przemianę mieszanin nasyconych amin o dużej cząsteczce z fosgenem (porównaj Jeffreys, American Chemical Journal 22, 26). Tego rodzaju mieszaniny amin otrzymuje się z uwodornionych kwasów tranowych. Ponadto mogą być użyte izocyjaniany, wytworzone z kwasów jedno- lub wielokarbonowych, otrzymanych przez utlenienie węglowodorów parafinowych. Również można stosować izocyjaniany naftenowe, zawierające co najmniej 10 atomów węgla w cząsteczce.

Można stosować również alifatyczne izocyjaniany, zawierające w reszcie alkiłowej heteroatomu względnie grupy heteroatomów, jak O, S, N, CO. O, O. CO, NR, NR. CO, CO. NR, SO₂, NR. SO₂, SO₂. NR, przy czym R oznacza wodór lub dowolną resztę węglowodorową, np. ester karbonyloglicynododecylowy C₁₂H₂₅. O. OC. CH₂. N = C = O, heksadecylooksyetylocyjanian C₁₆H₃₃. O. CH₂. CH₂. N = C = O, czterodecylometyloaminoetyloizocyjanian C₁₄H₂₉. N. CH₂. CH₂. N = C = O.

Ponadto można stosować mieszane alifatyczno-aromatyczne estry kwasu izocyjanowego, o ile zawierają one nasyconą resztę alifatyczną zawierającą co najmniej 10 atomów węgla w cząsteczce. Aktywna grupa — N = C = O może być połączona wprost z aromatycznym pierścieniem, np.



Aromatyczna reszta może być podstawiona wodorem, chlorem lub innym podstawnikiem.

Stwierdzono również, iż dobre rezultaty dają izocyjaniany o ogólnym wzorze

R.CO.N = C = O, w którym R oznacza resztę alkiłową, cykloalkiłową lub aralkiłową, obejmującą każdorazowo nasyconą resztę alkiłową zawierającą co najmniej 10 atomów węgla w cząsteczce. Izocyjaniany o wzorze R.CO.N = C = O otrzymuje się działaniem soli kwasu cyjanowego na chlorki kwasowe (patrz Ber. 36, str. 3213, C. Billeter „Działanie cyjanianu srebra na chlorki kwasowe”). Podobnie do estrów kwasu izocyjanowego reagują izocyjaniany rodników kwasowych z alkoholami, przy czym tworzą się odpowiednie estry kwasu karbaminowego. Przy działaniu na celulozę tworzą się również analogiczne estry kwasów karbaminowych.

Zamiast izocyjanianów mogą być użyte takie związki, które przemieniają się w estry kwasu izocyjanowego, np. odpowiednie azydki kwasów tłuszczowych, które przechodzą w odpowiednie estry kwasu izocyjanowego wydzielając azot.

Ponadto stosowano z powodzeniem takie izocyjaniany, które w reszcie alkiłowej zawierają resztę nasyconego lub nienasyconego alkoholu szeregu sterynowego. Jako techniczne produkty wyjściowe do otrzymywania alkoholi szeregu sterynowego stosuje się mieszaniny steryn, zawarte w niezmydlającej się części tłuszczu z wełny. W celu wprowadzenia aktywnej grupy — N = C = O przeprowadza się powyższe alkohole w estry lub eterokwasy karbonowe i chlorobezwodniki tych estrów lub eterów przemienia stosując reakcję Curtiusa w azydki względnie izocyjaniany. Na przykład, cholesterinę przetwarza się z dwuchlorobezwodnikiem kwasu adipowego na jednoester, przetwarzany następnie według Curtiusa w azydek albo izocyjanian.

Wymienione związki wykazują niezwykle dużą szybkość reakcyjną wobec materiałów włóknistych, zwłaszcza wobec celulozy i pochodnych celulozy, jakiej nie spotykano dotychczas przy żadnej znanej me-

todzie. Wystarczy tylko materiał włóknisty przeprowadzić szybko przez roztwór estru kwasu izocyjanowego w benzynie lub odpowiednim rozpuszczalniku i przez odpowiednie działanie ciepłe spowodować wytworzenie się uretanu albo podobną przemianę chemiczną. Można to skutecznie np. poddając materiał działaniu ciepła w wyższej temperaturze przez kilka minut.

Przy przeróbce acetylocelulozy można dodać wspomnianych środków do kąpieli przedzalnicznej w celu połączenia procesu, nadającego odporność na wodę, z procesem przedzenia.

Można również po zabiegu przedzenia traktować włókna albo pochodne celulozy produktami wymienionymi powyżej.

Impregnację materiałów włóknistych wymienionymi środkami można skutecznie w dowolny sposób, ewentualnie przez zastosowanie organicznych rozpuszczalników, emulgowanie w wodnym roztworze, napawanie, spryskiwanie i t. d. W celu uzyskania pożądanych efektów można dodawać katalizatorów, nie jest to jednak konieczne. Wynalazek można stosować również do lekkiej bielizny domowej. Po dokładnym wypłukaniu mydła i wysuszeniu materiał włóknisty posiada ponownie właściwości odpychania wody. Podane stężenia roztworów, czas suszenia i temperatura suszenia są tylko przybliżone i nie stanowią ograniczenia w jednym lub drugim kierunku.

Przykład I. Drukowaną krepę matową, matową osnowę kasema lub watek krepy wiskozowej prowadzi się przez 0,5%-owy roztwór izocyjanianu *n* - heptadecyloвого w benzynie i następnie w ciągu 1 minuty poddaje działaniu ciepła w temperaturze 100°C, a następnie 2 minuty w temperaturze 140°C. Materiał nabywa właściwości odpychania wody.

Przykład II. Osnowę satyny octanowej, watek octanowy lub krepę wiskozową

spryskuje się 1%-owym roztworem izocyjanianu undecylowego w benzynie, wyparowuje rozpuszczalnik i materiał poddaje w ciągu 2 minut działaniu ciepła w temperaturze 130°C.

Przykład III. Farbowane pończochy z jedwabiu Bemberg zanurza się w 0,3%-owym roztworze izocyjanianu heneikocylowego w benzenie, następnie wyjmuje się i po wyparowaniu rozpuszczalnika ogrzewa w ciągu 1½ minuty w temperaturze 150°C.

Przykład IV. Do 1000 litrów 20%-owego roztworu acetylocelulozy w acetonie dodaje się 1000 g cyjanianu *n* - heptadecylowego i mieszaninę przerabia jak zwykle.

Przykład V. Bawełniane płótno namiotowe przeciąga się przez 4 sekundy przez 1%-owy roztwór benzynowy izocyjanianu naftenowego z nafty galicyjskiej, usuwa rozpuszczalnik i materiał poddaje działaniu ciepła w temperaturze 150°C w ciągu 4 minut.

Przykład VI. Mieszaną tkaninę z wełny i bawełny (materiał na plecaki) traktuje się jak w przykładzie V 0,75%-owym benzynowym roztworem izocyjanianu naftenowego z nafty rumuńskiej.

Przykład VII. Tkaninę z jedwabiu wiskozowego przeciąga się przez 0,5%-owy roztwór 1 - stearylooksyfenyleno - 4 - izocyjanianu i traktuje jak wyżej.

Przykład VIII. Popelinę z merceryzowanej bawełny, zwłaszcza na płaszcze na deszcz, przeciąga się przez 0,5%-owy roztwór benzynowy azydku kwasu oktokosanowego. Ropuszczalnik usuwa się przez krótkie ogrzanie materiału do temperatury około 100°C i następnie ogrzewa się w ciągu 2 minut w temperaturze 140°C.

Przykład IX. Mieszaninę amin, otrzymaną z kwasów olejowych, przeprowadza się w mieszaninę estrów izocyjanowych za pomocą fosgenu i wytwarza z niej 0,5%-owy roztwór w benzynie. Tym roztworem traktuje się tkaninę, zawierającą mercery-

zowaną bawełnę i jedwab wiskozowy, jak w przykładzie VIII.

Przykład X. Tkaninę Vistra traktuje się 0,5%-owym roztworem izocyjanianu estru cholesterynowego kwasu adipinowego jak w przykładzie VIII.

Przykład XI. Muslin wełniany traktuje się jak w przykładzie VI 0,5%-owym roztworem benzynowym azydku estru cholesterynowego kwasu adipinowego.

Przykład XII. Tkaninę kamgarnową traktuje się jak w przykładzie VIII 0,5%-owym roztworem azydku kwasu oktokosanowego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób nadawania właściwości odpychania wody materiałom włóknistym w postaci włókien, nici lub tkanin, znamienny tym, że celulozowe materiały włókniste poddaje się powierzchniowemu traktowaniu za pomocą wyższych estrów kwasu izocyjanowego albo związków wytwarzających wspomniane estry, np. azydków kwasów tłuszczowych.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że traktowaniu estrami kwasu izocyjanowego poddaje się włókna wełniane.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że do obróbki stosuje się alifatyczne estry kwasu izocyjanowego, zawierające co najmniej 10 atomów węgla w rodniku alifatycznym.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że jako estry kwasu izocyjanowego stosuje się estry, które w rodniku alifatycznym zawierają atomy lub grupy atomów O, S, N, CO, O, CO, NR, CO, NR, NR, CO, SO₂, NR, SO₂, SO₂, NR, przy czym R oznacza wodór albo dowolną resztę węglowodorową.

5. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako estry kwasu izocyjanowego stosuje się izocyjaniany naftenowe, w których reszta naftenowa zawiera co najmniej 10 atomów węgla w cząsteczce.

6. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się mieszane alifatyczno-aromatyczne estry kwasu izocyjanowego, w których nasycona reszta alifatyczna zawiera co najmniej 10 atomów węgla w cząsteczce, przy czym aktywna grupa — N = C = O może być związana bezpośrednio z resztą aromatyczną.

7. Sposób według zastrz. 6, znamienny tym, że stosuje się takie alifatyczno-aromatyczne estry kwasu izocyjanowego, których reszta aromatyczna jest podstawiona wodorem, chlorem lub dalszymi resztami węglowodorowymi.

8. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się izocyjaniany o ogólnym wzorze $R \cdot CO \cdot N = C = O$, w którym R oznacza resztę alkylową, cykloalkylową albo aralkylową z nasyconą resztą alkylową, zawierającą co najmniej 10 atomów węgla w cząsteczce, albo nasyconą lub nienasyconą resztę alkoholową szeregu sterynowego.

9. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się takie azydki albo izocyjaniany, które w reszcie alkylowej zawierają resztę nasyconego lub nienasyconego alkoholu szeregu sterynowego.

10. Odmiana sposobu według zastrz. 1 — 9, znamienna tym, że estrów kwasu izocyjanowego dodaje się do roztworu przedzalniczego jadvabiu octanowego.

Färberei - Aktiengesellschaft
vormals E. Stolte Nachfolger
& Wm. Missy.

Zastępca: Inż. F. Winnicki,
rzecznik patentowy.

